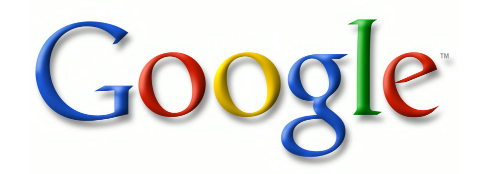



NYPL RESEARCH LIBRARIES
3 3433 06906451 1

ROYAUME DE BELGIQUE

MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE ET DU TRAVAIL

OFFICE DU TRAVAIL ET INSPECTION DE L'INDUSTRIE

MONOGRAPHIES INDUSTRIELLES

APERÇU ÉCONOMIQUE, TECHNOLOGIQUE ET COMMERCIAL

VI. — Industries chimiques.

FABRICATION

DES

PRODUITS CHIMIQUES

PROPREMENT DITS



BRUXELLES

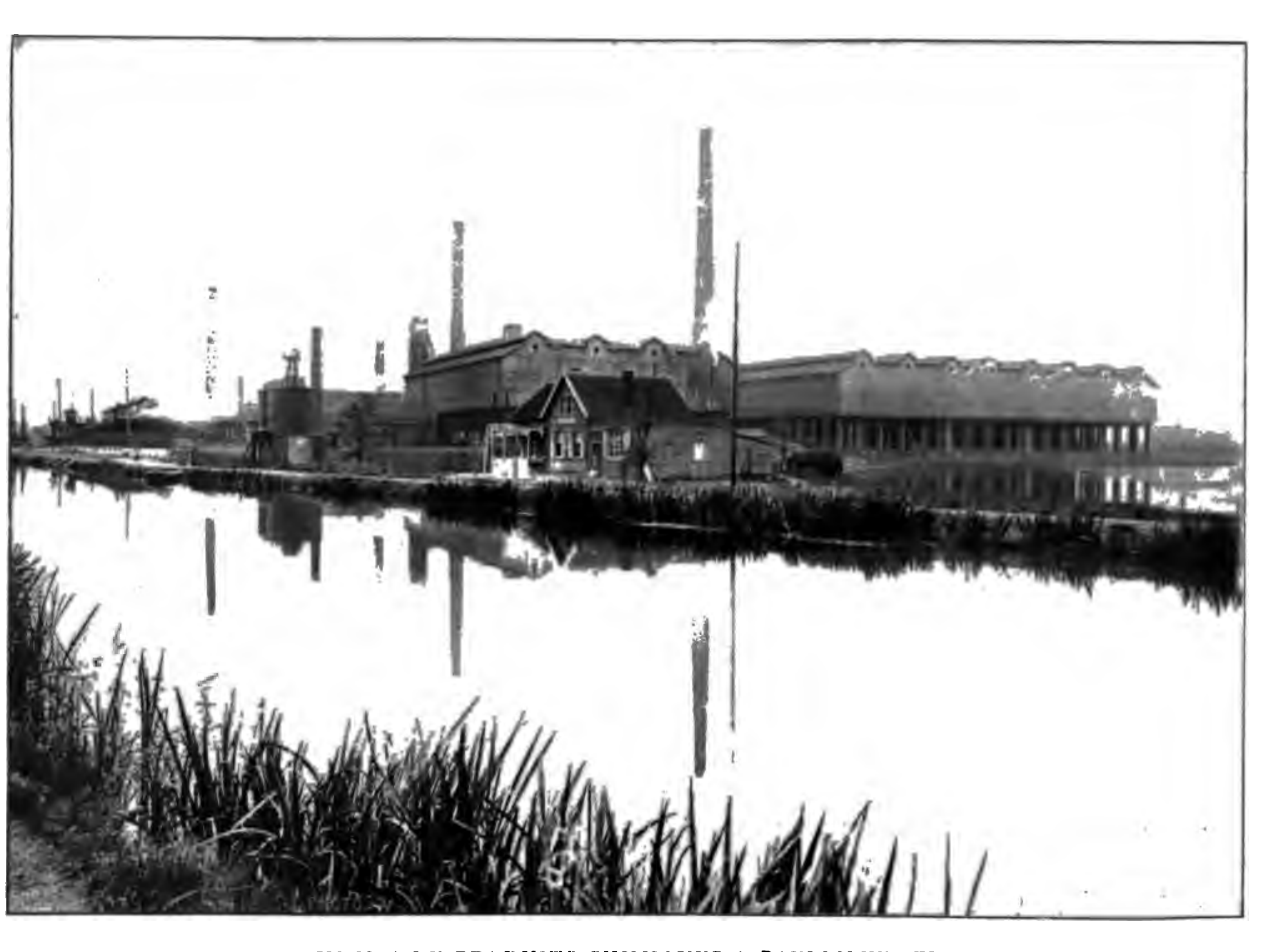
OFFICE DE PUBLICITÉ
J. LEBÈGUE & Cie
RUE DE LA MADELEINE, 46

SOCIÉTÉ BELGE DE LIBRAIRIE
O. SCHEPENS & Cie
RUE TREURENBERG, 16

1905



MONOGRAPHIES INDUSTRIELLES



USINES DE PRODUITS CHIMIQUES A BAELEN-WEZEL

INTRODUCTION

Objet des industries chimiques.

Sous le nom général d'*industrie chimique*, on désigne toute spécialité industrielle dans laquelle se pratiquent en grand, à l'aide d'appareils appropriés, les diverses opérations effectuées en petit dans les laboratoires de chimie. Ces opérations sont tantôt d'ordre mécanique (broyage, compression, lavage, décantation, malaxage, etc.), tantôt d'ordre physique (dissolution, évaporation, cristallisation, distillation, etc.), tantôt d'ordre véritablement chimique (décomposition, substitution, combinaison, etc.).

La chimie industrielle élabore deux espèces bien distinctes de produits :

1° Des corps à composition constante, homogène, définie, connus sous le nom de métaux, métalloïdes, bases, acides, sels, etc., de nature inorganique ou organique, formant la catégorie des *produits chimiques proprement dits ;*

2° Des corps à composition variable, sortes de

mélanges de matières essentielles ou accessoires, dont la fabrication comporte des opérations analogues à celles de la fabrication des produits chimiques proprement dits.

Parmi les corps de la première catégorie, nous trouvons des produits recevant une destination directe, définitive. Mais beaucoup d'entre eux, et non des moindres, servent à la fabrication d'autres produits, soit comme matières premières essentielles, soit comme matières simplement réagissantes ou dissolvantes.

Les produits de la seconde catégorie peuvent se présenter sous une forme artificielle, façonnés d'après tel ou tel contour; d'autres fois, ils apparaissent sous l'état d'une composition tout à fait hétérogène, véritable aggrégation d'éléments absolument différents. Tous ces produits sont destinés à être consommés dans l'état où ils se présentent.

D'après cette définition générale, l'extraction des métaux de leur minerai rentre dans les industries chimiques. Mais, vu son importance, cette spécialité forme l'objet d'une branche industrielle bien distincte : la *métallurgie*. Il en est de même de la verrerie et des industries céramiques : ces fabrications, à cause de leur développement, méritent d'être étudiées à part. Le sucre, l'amidon, la glucose, l'alcool, la gélatine, etc., bien que constituant en quelque sorte des produits chimiques de nature organique, ne sont pas non plus considérés comme tels : on les range dans une classe spéciale, celle des *produits alimentaires*. La glycérine, la stéarine, l'oléine, le savon sont dans

le même cas et font partie d'un groupe d'industries traitant les *matières grasses*.

Ces restrictions apportées, nous énumérons ci-après, rangés dans l'ordre de la nomenclature scientifique, les produits chimiques qui font l'objet d'une fabrication en Belgique :

Corps inorganiques.

Hydrogène. Oxygène. Soufre. Phosphore. Carbone.

Chlorures de potassium, de sodium, de calcium, de zinc, d'aluminium et de plomb. Perchlorure de fer. Iodure de plomb. Fluorure d'aluminium. Fluorure double d'alumium et de sodium.

Oxydes de potassium, de sodium, de calcium, de magnésium, de fer, d'aluminium, de zinc et de plomb.

Ammoniaque.

Sulfures de sodium, de baryum et de zinc.

Phosphure de cuivre. Arséniures de nickel et de cobalt.

Acides chlorhydrique et fluorhydrique.

Acides sulfureux, arsénieux et carbonique. Acides sulfurique, nitrique, phosphorique et borique.

Hypochlorites de sodium et de calcium.

Bisulfites de sodium et de calcium.

Sulfates de potassium, de sodium, d'ammoniaque, de calcium, de magnésium, de baryum, de fer, d'aluminium, de cuivre et de plomb. Sulfate double de potassium et d'aluminium.

Nitrates de potassium, d'ammoniaque, de baryum, de cuivre et de plomb.

Phosphates de potassium, de sodium et d'ammoniaque. Phosphates mono, bi et tricalciques. Borate de sodium.

Carbonates de potassium, de sodium, de baryum et de plomb.

Ferrocyanure de sodium. Sulfocyanure de potassium et d'ammoniaque.

Silicates de potassium et de sodium. Fluosilicate de sodium.

Aluminate de baryum. Chromate de zinc et de plomb. Composés de sélénium et de thallium.

Corps organiques.

Alcool méthylique (méthanal). Chloroforme (trichlorométhane). Éther éthylique (oxyde d'éthyle).

Hexaméthylène tétramine.

Aldéhyde formique (méthanal), trioxyméthylène. Aldéhyde et paraldéhyde acétiques (éthanal). Acétone acétique.

Acide acétique. Acétates de soude, de calcium, de fer. Arsénio-acétate de cuivre. Acétate d'éthyle (éther acétique).

Nitrocellulose. Collodion.

Benzène. Nitrobenzine.

Crésylol. Phénol. Biiododithymol.

Toluène. Dérivés d'aniline.

Benzoates de sodium et d'éthylène.

Créosote, créosoforme, tanno-créosoforme.

Gaïacol, gaïaforme, tanno-gaïaforme.

Carbonates, phosphates et tanno-phosphates de créosote et de gaïacol.

Salicine. Salycylate d'antipyrine.

Acide tannique. Oxyiodogallate de bismuth.

Naphtaline. Anthracène. Pirydine.

Il s'en faut de beaucoup que les différents corps passés en revue soient produits dans l'industrie à l'état de pureté complète. C'est qu'en effet, à cause de la composition plus ou moins homogène, plus ou moins variable des matières premières employées, par suite d'une certaine irrégularité de travail, inévitable dans des manipulations effectuées en grand, des composés obtenus sont souvent mélangés avec une certaine proportion de matières étrangères. Dans beaucoup de cas, il faut éliminer ces matières étrangères et amener ces corps au degré de pureté exigé par le consommateur.

Il en résulte que l'industrie fournit généralement les produits chimiques en trois qualités :

a) Des produits de fabrication courante, suffisamment purs pour les usages habituels de l'industrie;

b) Des produits rectifiés ou présentant une pureté industrielle indispensable dans la fabrication de certains composés;

c) Des produits chimiquement purs, débarrassés de toutes matières étrangères, pour les besoins du laboratoire et de la pharmacie.

Classification pratique des industries chimiques.

La classification précédente, purement scientifique, ne serait pas utilement adoptée dans une étude d'un caractère essentiellement économique. Dans une étude de ce genre, il faut, autant que possible, adopter une classification répondant à la réalité industrielle. C'est que, dans la pratique, certaines fabrications se combinent, s'enchaînent pour certains motifs ne relevant aucunement de la science pure.

On classait autrefois les industries chimiques en trois groupes distincts :

1° La grande industrie chimique;
2° La petite industrie chimique;
3° L'industrie chimique pharmaceutique.

Les établissements ressortissant au premier groupe, avaient pour principal objectif la production du carbonate de soude par le procédé Leblanc. Cette classe d'établissements comprenait nécessairement la fabrication de l'acide sulfurique, de l'acide nitrique, de l'acide chlorhydrique, du sulfate de soude.

Ces usines fournissaient ainsi les matières premières principales d'une foule de produits secondaires, dont la fabrication rentrait plutôt dans la petite industrie chimique.

Nous ferons remarquer que cette classification ne répond plus à la situation actuelle.

Tout d'abord, la fabrication de la soude par la

méthode Leblanc est complètement abandonnée, cédant la place à la fabrication de la soude par le procédé Solvay. Cette dernière industrie est devenue, dès lors, complètement indépendante de la fabrication des acides sulfurique, nitrique et chlorhydrique.

De ce fait, la fabrication de l'acide sulfurique a vu considérablement diminuer un de ses principaux débouchés : la fabrication du sulfate de soude en vue de sa transformation en carbonate. Ajoutons, d'autre part, que, depuis que les usines métallurgiques pratiquant le grillage des pyrites et des blendes ont été mises dans l'obligation de recueillir les gaz sulfureux provenant de cette opération, la production de l'acide sulfurique n'a cessé de se développer énormément.

Entretemps prenait naissance une autre industrie importante : la fabrication des superphosphates de chaux; cette industrie est devenue le principal consommateur d'acide sulfurique, permettant d'utiliser ainsi les fortes quantités de cet acide qui proviennent des fours de grillage.

Remarquons que, malgré cette évolution, le sulfate de soude n'a pas vu sa production diminuer, car ce produit est toujours largement utilisé dans les verreries et les glaceries. Mais l'acide chlorhydrique, obtenu en même temps, est tombé, par suite de son abondance, au rang de sous-produit. L'application des nouvelles méthodes de fabrication du chlore et du chlorure de chaux par la décomposition directe du chlorure de sodium est venue, en effet, restreindre les applications de l'acide chlorhydrique.

Toutes ces circonstances ne pouvaient manquer de

forcer nos anciennes fabriques de produits chimiques à chercher une nouvelle orientation industrielle.

C'est ainsi que beaucoup de ces usines ont annexé à leur industrie la fabrication des superphosphates. D'autres ont entrepris la fabrication d'une série de produits accessoires que l'on rangeait autrefois dans la petite industrie chimique.

Il en résulte que la distinction autrefois admise entre la grande et la petite industrie chimique n'a plus de raison d'être. De nouvelles fabrications ont, d'ailleurs, été créées qui ne le cèdent en rien, comme importance, à nos anciennes fabriques de soude et d'acide sulfurique.

Quant à l'industrie chimique pharmaceutique, cette branche ne présente encore qu'une importance relative en Belgique.

Abandonnant la classification industrielle adoptée autrefois, nous diviserons l'étude des produits chimiques en quatre parties principales :

A. *Industries de l'acide sulfurique et des superphosphates ;*

B. *Industries de la soude, des chlorures et des sels de potasse ;*

C. *Produits de nature minérale autres que ceux des deux premiers groupes ;*

D. *Produits extraits de la houille et du bois et autres composés organiques.*

Nous terminerons par l'étude de quelques produits purs, à l'usage du laboratoire et de la pharmacie.

Toutes ces industries comportent un nombre total de 256 établissements répartis entre 224 firmes. Le personnel qu'elles occupent peut être représenté par le chiffre global de 9,300 ouvriers. La puissance motrice utilisée est, pour l'ensemble, de 14,000 chevaux-vapeur environ.

Il convient de faire observer que le nombre d'ouvriers employés et la puissance mécanique mise en jeu ne suffisent pas ici pour apprécier exactement l'importance des industries chimiques, celles-ci ne nécessitant le plus souvent, pour l'exécution de leurs opérations, que le concours d'une force motrice peu considérable et surtout d'une main d'œuvre assez restreinte.

PREMIÈRE PARTIE

INDUSTRIES DE L'ACIDE SULFURIQUE ET DES SUPERPHOSPHATES.

Renseignements généraux.

Nous rangeons dans ce groupe les trois catégories de produits suivantes :

I. Les trois principaux acides minéraux et leurs sous-produits : *acide sulfurique*, *acide nitrique*, *sulfate de soude* et *acide chlorhydrique ;*

II. Les phosphates de chaux comprenant : les *superphosphates de chaux ordinaires*, le *guano dissous* et les *phosphates basiques ;*

III. Un certain nombre de *produits accessoires* fabriqués dans les mêmes usines, tels que : le *sulfate de cuivre*, le *sulfate de fer*, les *sels de barytum*, le *fluosilicate de soude*, l'*arsenic*, etc.

Ces diverses industries sont exercées par 57 établissements, d'importance variable, occupant ensemble

4,885 personnes. Dans 27 de ces usines, le personnel n'atteint pas le chiffre de 50 ouvriers; 13 établissements ont de 50 à 100 travailleurs; 9 autres, de 100 à 200; 6, de 200 à 300, et 2 occupent un personnel de 400 à 600 ouvriers.

La première catégorie est formée presque exclusivement par des ateliers qui ne se livrent qu'à la préparation des superphosphates et des engrais composés.

La totalité des moteurs à vapeur utilisés dans ce groupe d'industries, représente une puissance globale d'environ 6,200 chevaux. Cette force motrice se répartit de la manière suivante :

25	établissements	disposent	de moins de	50			chevaux;
9	»	»	de	50	à	100	»
11	»	»	de	100	à	200	»
8	»	»	de	200	à	500	»

1 établissement dispose d'une force de 1,000 chevaux.

Trois usines seulement n'ont recours à aucune force motrice mécanique.

Le travail est organisé à la pièce pour un certain nombre d'opérations; pour d'autres, il est à la journée, mais alors le plus souvent avec tâche imposée ou avec primes; le paiement à l'heure est également appliqué dans certaines fabriques de superphosphates. Il n'existe à cet égard aucune règle adoptée d'une façon absolument générale; nous aurons, d'ailleurs, l'occasion de revenir sur ce sujet lorsque nous traiterons de chacune des industries en particulier.

Le salaire journalier moyen varie de 2 fr. 50 c. à 3 fr. 25 c., suivant les régions; la moyenne qui se

rencontre le plus fréquemment est celle de 3 francs. Certaines catégories d'ouvriers spéciaux, tels que mécaniciens, chauffeurs, maçons, etc., gagnent 4 à 5 francs par jour; le paiement à la tâche permet aussi aux travailleurs ordinaires d'atteindre à ces salaires plus élevés.

Au point de vue géographique, ces industries ont été amenées à s'établir, pour des motifs variés, dans diverses régions du pays. On trouve d'importantes usines dans le voisinage des grandes villes (Bruxelles, Anvers, Gand, Louvain, Bruges); elles se sont établies à proximité de voies navigables facilitant l'arrivage du combustible et des matières premières pondéreuses, ainsi que l'expédition de leurs produits, non moins encombrants. Un certain nombre d'anciennes fabriques sont installées dans le bassin industriel de la Sambre, à proximité de nombreuses verreries auxquelles elles fournissaient autrefois le carbonate de soude et, maintenant encore, le sulfate de soude Plusieurs fabriques d'acide sulfurique ont été créées dans la province de Liége, près des usines à zinc auxquelles elles doivent livrer la blende grillée et dont elles constituent en quelque sorte des annexes. D'autres établissements, et non des moins importants, ont également été fondés en pleine Campine, sur les bords du canal qui les met en communication d'une part, avec le port d'Anvers, d'autre part, avec les bassins houillers allemands. Enfin, un certain nombre d'usines, ayant surtout pour but la production des superphosphates et la préparation des engrais

composés, se sont montées dans les diverses zones agricoles qu'elles doivent desservir, notamment dans les provinces de Brabant, de Hainaut, de Liége et même dans celle du Luxembourg.

En ce qui concerne le combustible, il est à remarquer que la plupart des usines établies un peu loin de nos bassins houillers et situées au bord d'une voie navigable, ont intérêt à employer du charbon allemand qui, à qualité égale, leur procure une économie de 1 à 2 francs par tonne. Les bateaux amenant le charbon trouvent un fret de retour dans les pyrites grillées ou les superphosphates que nous exportons en Allemagne.

I. — ACIDES MINÉRAUX ET SOUS-PRODUITS.

1° Acide sulfurique.

APERÇU GÉNÉRAL DE LA FABRICATION.

La fabrication de l'acide sulfurique *ordinaire* ou *anglais*, telle qu'elle se pratique couramment en Belgique, comprend deux opérations fondamentales :

a) La production d'acide ou plutôt d'anhydride sulfureux (SO^2);

b) La transformation de cet anhydride sulfureux en acide sulfurique par sa combinaison avec une quantité convenable d'oxygène et d'eau :

$$SO^2 + O + H^2O = H^2SO^4.$$

Ces deux opérations sont complétées par une troisième :

c) La récupération des vapeurs nitreuses en excès.

Depuis longtemps, aucune modification essentielle n'a plus été apportée aux dispositifs réalisant ces diverses réactions. Ce sont surtout des perfectionnements de détail, ainsi qu'une combinaison plus rationnelle des différents appareils, qui ont permis, en améliorant peu à peu le travail, d'obtenir un rendement supérieur et, par conséquent, d'arriver à un prix de revient plus avantageux.

L'anhydride sulfureux est obtenu exclusivement par le grillage de blendes (sulfures de zinc) ou de pyrites (sulfures de fer), dans des fours appropriés. Les gaz sulfureux provenant du grillage sont conduits dans de vastes chambres de plomb, où s'opère la transformation en acide sulfurique. L'eau nécessaire à cette réaction est fournie sous forme de vapeur ou d'eau pulvérisée. L'oxygène est amené en même temps que les gaz sulfureux venant des fours de grillage.

Toutefois, la combinaison de ces éléments et la formation de l'acide sulfurique ne s'effectuent que sous l'influence de l'acide nitrique, que l'on est obligé d'introduire au sein des gaz sulfureux avant leur entrée dans les chambres de plomb. Le rôle joué par l'acide nitrique dans ces réactions n'a pas encore été parfaitement élucidé et il est diversement interprété par les chimistes qui se sont occupés de la question. Il ne peut entrer dans le cadre de cette étude d'exposer les différentes théories émises à ce sujet.

Disons seulement que, dans l'intérieur des chambres, il se forme des acides azoteux et hypoazotique, dont une partie s'échappe avec les gaz non utilisés. Pour récupérer ces produits nitreux, on fait passer ces gaz, à leur sortie des chambres, dans une tour d'absorption appelée *condenseur de Gay-Lussac*, où ils rencontrent un courant d'acide sulfurique à 60° B. Cet acide absorbe les vapeurs nitreuses et il se forme de l'acide *nitroso-sulfurique*, que l'on recueille à la base du condenseur.

On tire parti de cet acide nitroso-sulfurique en le *dénitrifiant* et l'on fait rentrer dans la circulation des chambres les vapeurs nitreuses qu'il avait absorbées. A cet effet, l'acide nitroso-sulfurique traverse un autre appareil appelé *tour de Glover*, placé entre les fours et les chambres de plomb, où il rencontre les gaz sulfureux venant des fours.

Dans cette tour de Glover, on fait aussi arriver tout ou partie de l'acide sulfurique extrait des chambres et dont la densité est de 52 à 53° B. Au contact des gaz chauds, cet acide se concentre, alors que les gaz se refroidissent. Les vapeurs d'eau dégagées rentrent dans les chambres de plomb.

C'est sous l'influence de ces vapeurs d'eau et des gaz sulfureux que s'opère la dénitrification de l'acide nitroso-sulfurique. Le bioxyde d'azote rendu libre pénètre à nouveau dans les chambres.

C'est également dans la tour de Glover que l'on introduit l'acide nitrique nécessaire aux réactions, et qui est entraîné avec les gaz sulfureux dans les chambres de plomb.

Telle est, tracée dans ses grandes lignes, la fabrication de l'acide sulfurique ordinaire. Pour compléter cet aperçu, ajoutons que dans certaines usines on effectue, en outre, la purification de l'acide sulfurique, c'est-à-dire, l'élimination de certaines matières étrangères qu'il contient souvent en petite quantité, telles que le plomb, le cuivre, le fer, la chaux, l'alumine et, dans certains cas, le sélénium, le thallium et l'arsenic.

Enfin, lorsque nous aurons mentionné la concentration de l'acide des chambres, jusque 60 et 66° B., nous aurons passé en revue les principales opérations pratiquées dans une fabrique d'acide sulfurique.

Nous allons maintenant revenir sur ces diverses opérations et nous signalerons les innovations les plus intéressantes qui ont été introduites dans les usines belges.

a) Production de l'anhydride sulfureux.

Minerais.

Les *blendes* proviennent pour une grande part d'Espagne ; nous en recevons aussi d'autres pays, tels que la France, l'Allemagne, la Suède, la Sardaigne, l'Algérie, l'Amérique du Nord ; il nous en vient également, en certaine quantité, de l'Australie et du Japon. La teneur en soufre varie de 20 à 30 p. c. Le prix du minerai diffère suivant sa richesse et se calcule en fonction du cours du zinc à Londres. Les blendes sont plus ou moins pures. Mentionnons celles d'Algérie comme ne contenant pas d'arsenic et très peu de fer ;

elles fournissent un acide très pur, convenant spécialement pour la fabrication du sulfate d'ammoniaque.

Les *pyrites* nous arrivent surtout de l'Espagne et du Portugal ; celles du Japon sont remarquables par leur pureté. Les pyrites renferment généralement 50 p. c. de soufre et assez souvent de 0.5 à 0.4 p. c. de cuivre, que l'on peut retirer des résidus. Les pyrites valent de 20 à 25 francs la tonne, suivant leur richesse en soufre.

Les *pyrites cuivreuses*, contenant de 2 à 3 ½ p. c. de cuivre, originaires de Norvège et de Portugal (Pomaron), sont traitées par quelques usines. On en extrait le cuivre par le procédé de cémentation. Le prix de ces minerais atteint 30 à 40 francs la tonne.

Broyage.

Avant grillage, les blendes doivent être broyées. Elles passent d'abord dans un concasseur à mâchoires, puis dans un broyeur à cylindres, avec tamiseur, de façon à ce que le refus revienne à nouveau dans l'appareil. Parfois, il est nécessaire de sécher la blende ; cette opération se fait économiquement sur des taques chauffées par en dessous au moyen d'un serpentin dans lequel circule la vapeur de décharge de la machine.

Les pyrites sont fournies déjà broyées ou bien sont pulvérisées dans les fabriques mêmes. Les anciens broyeurs à meules sont presque partout abandonnés et remplacés par le broyeur à boulets du système Krupp, à alimentation et débit continus.

L'organe principal de cet appareil est un tambour formé de plaques triturantes en acier se recouvrant partiellement à une de leurs extrémités, cette dernière étant renforcée et recourbée vers l'intérieur; l'autre partie est perforée et munie de palettes en tôle dirigées vers l'extérieur. Le tambour contient un certain nombre de boulets en acier de diverses dimensions, mais d'un poids total déterminé.

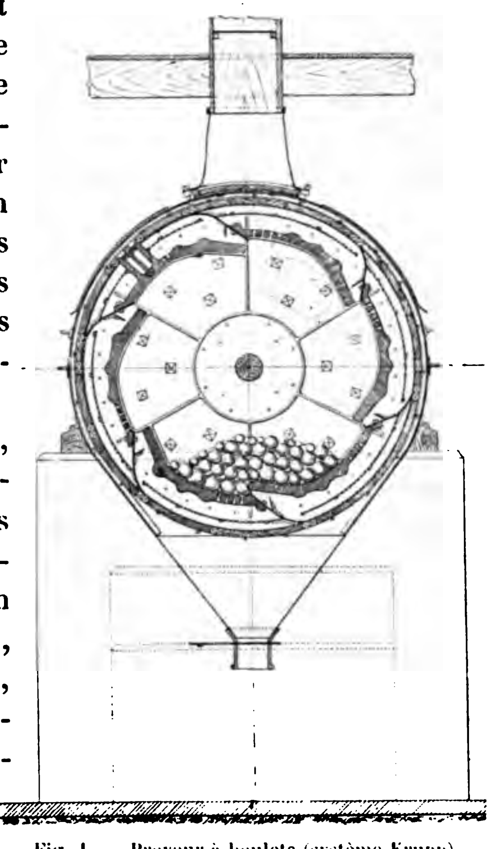


Fig. 1. — Broyeur à boulets (système Krupp).

Extérieurement, le tambour est entouré d'un tamis cylindrique, composé d'un certain nombre de châssis, en bois ou en fer, garnis de toile métallique. L'ensemble est entouré d'une enveloppe, ou cage à poussière, complètement fermée. Cette cage présente vers le haut une trémie de chargement et, à la partie inférieure, un orifice fermé par une porte à glissières pour la décharge du broyeur.

Le broyeur à boulets exige une force de 25 à 30 chevaux pour traiter 30 tonnes par jour.

Grillage.

Les blendes sont grillées dans les usines dépendant des fabriques de zinc ou bien, *à façon*, par les fabriques de produits chimiques proprement dites, qui exécutent cette besogne soit pour le compte des usines à zinc, soit pour celui de grands négociants en minerais. On paie actuellement 8 francs en moyenne par tonne pour la désulfuration, le transport aller et retour étant à la charge des fabriques de zinc.

Quant aux pyrites, elles sont généralement achetées par les fabriques d'acide sulfurique, qui revendent ensuite le minerai grillé ou *purple ore* aux hauts-fourneaux belges et étrangers. Cependant, les pyrites cuivreuses sont parfois aussi grillées à façon par des usines qui en extraient le cuivre.

Les fours employés pour le grillage diffèrent dans leurs dispositions suivant que l'on traite les pyrites, les blendes, ou les pyrites et les blendes alternativement.

Fours à pyrites. — Comme le minerai est pulvérulent, les fours employés sont généralement des fours à dalles à cinq ou six étages, genre Malétra. Une fois le grillage mis en train, il se continue grâce à la propre chaleur dégagée par l'oxydation du fer et du soufre; aucun foyer n'est donc nécessaire.

Les fours mécaniques, malgré les avantages qui

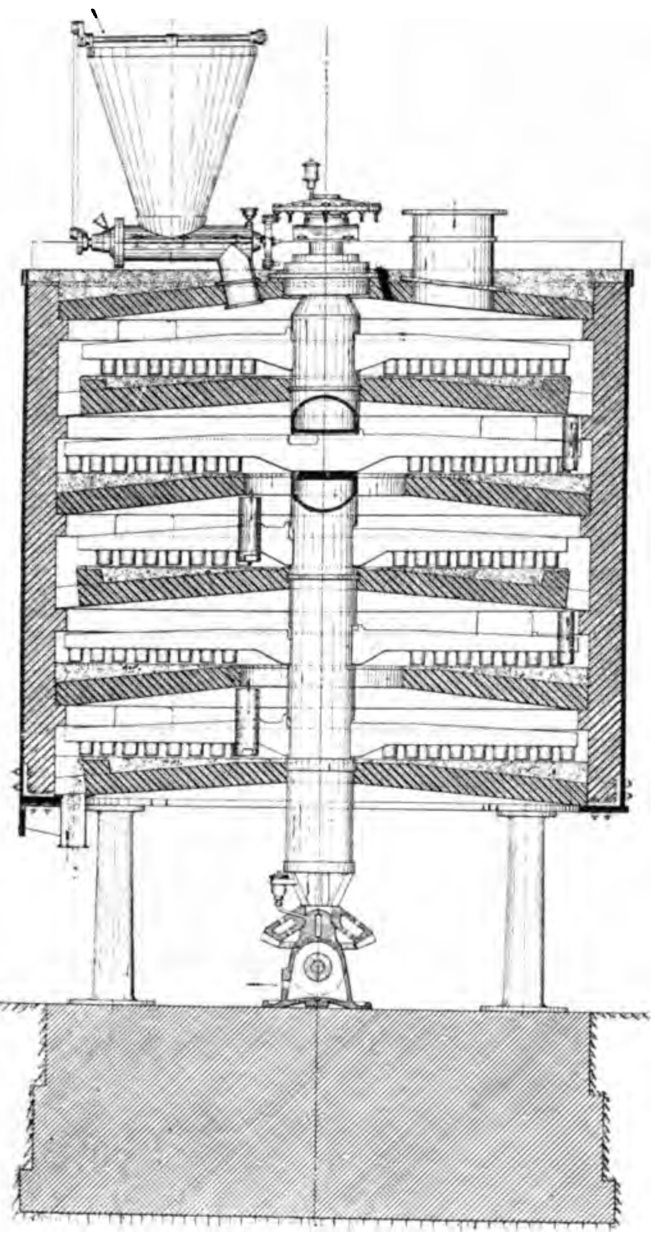


Fig. 2. — Four rotatif à pyrites de la Société Humboldt à Kalk.

peuvent en résulter tant au point de vue de l'économie de main-d'œuvre qu'à celui de la régularité de la combustion, sont peu répandus. Une seule usine en Belgique a fait installer récemment un four de ce genre par la Société Humboldt, de Kalk.

Ce four comprend cinq étages circulaires superposés, traversés, à leur centre, par un arbre creux. Il est alimenté de minerai automatiquement au moyen d'une trémie et d'une vis horizontale. La matière tombe successivement d'un étage sur l'autre; le minerai est constamment remué et poussé tantôt vers la périphérie, tantôt vers le centre, par des bras garnis de dents taillées en biseau. Ces bras sont doubles et passent à travers des ouvertures ménagées dans l'arbre, de façon à présenter en leurs points de contact une grande surface de refroidissement. La pyrite grillée sort du dernier étage par un clapet automatique et tombe directement dans les wagonnets.

Fours à moufles. — Vu la faible teneur de la blende en soufre, le grillage de ce minerai ne peut s'effectuer sans le concours de la chaleur produite par la combustion du charbon. Les fours employés [illegible] sont donc des fours à [illegible]. On ne peut faire usage que de fours à moufles, car il est indispensable que l'acide sulfureux ne soit pas souillé par les gaz provenant de la combustion.

C'est [illegible] le four Hasenclever, plus ou moins [illegible] [illegible] [illegible] [illegible] [illegible]. [illegible] d'après une [illegible] M. [illegible] professeur à l'École des mines de M[illegible], quelques détails sur le four

de ce système, adopté par plusieurs de nos principales fabriques.

Le four est divisé en quatre parties symétriques travaillées chacune séparément, ce qui facilite la

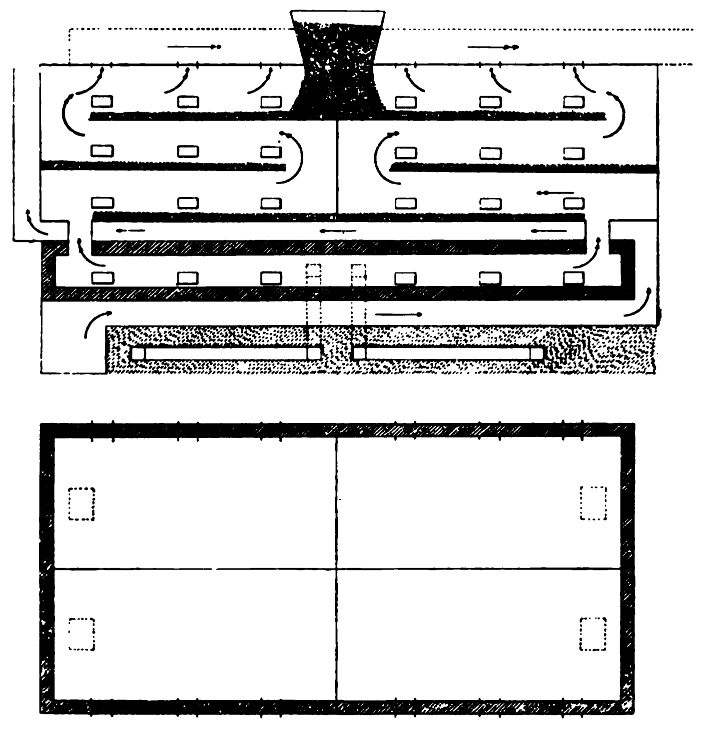


Fig. 3. — Four à blendes Eichhorn.

besogne de l'ouvrier. L'air nécessaire au grillage, avant d'arriver dans le moufle, s'échauffe préalablement en passant par des carneaux noyés dans la maçonnerie. Le moufle se trouve à la partie inférieure du four et est entouré par les flammes du foyer. A la partie supérieure se trouvent des tablettes sur les-

quelles on étale en premier lieu les blendes à griller; la combustion de ces dernières est assurée grâce au contingent de chaleur apportée par les gaz sulfureux venant du moufle inférieur. Une série de portes à glissières est établie sur un des longs côtés du four pour le rablage et l'avancement des matières.

On a imaginé également plusieurs systèmes de fours à blende à travail mécanique. Ces appareils ont été mis à l'essai dans un de nos établissements les plus importants, mais ils n'ont pas donné les résultats attendus et ont dû être abandonnés.

Fours à blendes et à pyrites. — Plusieurs usines, qui grillent tantôt des blendes, tantôt des pyrites, ont

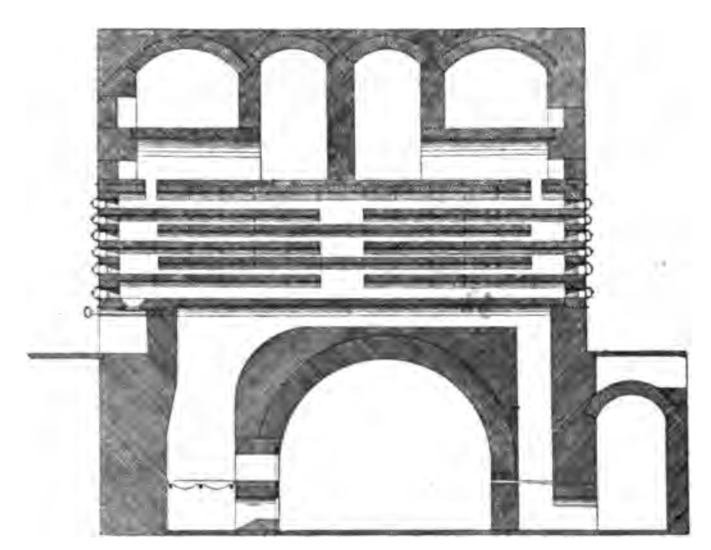


Fig. 4. — Four à dalles Delplace pour blendes et pyrites.

adopté un système de four mixte imaginé par M. Gust. Delplace et qui donnerait entière satisfaction. C'est un

four à dalles, double, analogue à ceux employés pour les pyrites et pourvu d'un foyer qu'on utilise seulement lorsqu'on veut griller des blendes. Dans ce système, on évite le travail d'avancement latéral du minerai, qui doit se faire avec le four Eichhorn et qui est assez pénible. L'expérience a démontré qu'il suffisait de deux foyers pour trois fours. Les ouvertures pour le travail sont très petites et munies de portes inclinées afin de pouvoir introduire le rable. Un perfectionnement non indiqué dans la figure consiste dans l'adjonction d'un moufle dans lequel le combustible séjourne avant d'arriver dans le foyer, de telle sorte que le charbon se transforme d'abord en coke et donne son gaz, puis achève sa combustion sur la grille.

Ce système de four, outre l'avantage qu'il présente quant à la facilité du travail, permet de réaliser une sérieuse économie de combustible; la consommation de ce dernier aurait pu être réduite jusqu'à 11 p. c. du poids de la blende, alors que l'on arrive généralement à une moyenne de 15 p. c. avec les fours Eichhorn.

Chambres à poussières. — Il est important, au point de vue du bon fonctionnement des chambres et des appareils auxiliaires, ainsi que pour obtenir un acide pur, de débarrasser les gaz sulfureux des matières en suspension qu'ils entraînent avec eux, ainsi que de certaines substances maintenues en solution grâce à leur haute température et qui se déposent par le refroidissement. Aussi, dans les fabriques bien organisées, fait-on parcourir aux gaz de grandes chambres

à poussières, installées au-dessus des fours et à côté de ceux-ci.

Organisation du travail du grillage. — Les ouvriers chargés de la conduite des fours à griller sont presque toujours payés à la pièce, rarement à la journée, et, dans ce cas, ils reçoivent souvent des primes. Il y a généralement deux brigades par vingt-quatre heures et, exceptionnellement, trois brigades. On a essayé, mais sans grand succès, un système intermédiaire, dans lequel certains ouvriers sont sujets à un roulement.

Lorsque la production de l'acide sulfurique est étroitement liée à celle du zinc, certains fabricants estiment que le travail à la pièce n'est pas pratique parce qu'il ne permet pas d'assurer la constance voulue dans l'alimentation de blende grillée, condition essentielle pour obtenir une fabrication régulière du zinc.

Utilisation des minerais grillés. — Après grillage, les blendes retournent aux fabriques de zinc; quant aux pyrites, elles sont expédiées aux hauts-fourneaux sous le nom de *purple ore*; ce minerai contient 60 à 65 p. c. de fer. Son inconvénient, au point de vue du traitement métallurgique, est d'être à l'état pulvérulent. Aussi a-t-on parfois quelque difficulté à l'écouler, surtout si le grillage n'a pas été complet. Les pyrites grillées contiennent encore de 0.50 à 1.50 p. c. de soufre, suivant le soin apporté dans le travail.

Les pyrites cuivreuses, et même parfois celles qui ne contiennent que quelques dixièmes pour cent de cuivre, sont, après grillage, travaillées pour en retirer le cuivre par un traitement que nous exposerons plus loin.

Le *purple ore* se vend de 8 à 9 francs la tonne; il est en grande partie exporté en Allemagne.

b) Transformation de l'anhydride sulfureux en acide sulfurique.

Chambres de plomb.

Cette transformation s'opère dans des chambres de plomb, grâce à l'eau qui y est introduite et à l'oxydation provoquée par la présence de l'acide nitrique.

On appelle *système* un groupe de plusieurs chambres parcourues successivement par les mêmes gaz sulfureux. Généralement, un système comporte deux ou trois chambres, mais on en trouve aussi qui n'ont qu'une seule chambre et d'autres qui comprennent quatre chambres. Dans un système, la capacité des chambres va en diminuant de la première à la dernière, qui porte le nom de *tambour*.

Presque partout, les chambres ont une base rectangulaire; leur hauteur moyenne est de 8 à 9 mètres; mais il en est qui ont jusqu'à 11.50 mètres, hauteur qui paraît exagérée.

La capacité d'un système est, en moyenne, de 5,000 à 6,000 mètres cubes, mais on descend parfois jusque 3,000 mètres cubes; le maximum est de 8,000 mètres

cubes. Les avis sont très partagés quant au volume le plus convenable à donner aux chambres. Certains spécialistes, admettant que le rôle de l'acide nitrique se résume en une série de réductions et d'oxydations successives, sont partisans des chambres de grande capacité dans lesquelles les masses gazeuses s'isolent, de telle sorte que les deux réactions inverses peuvent s'effectuer simultanément sans se contrecarrer.

Des systèmes circulaires ont été préconisés en vue d'une meilleure utilisation de l'espace; ils sont composés d'une petite chambre circulaire centrale et d'une chambre annulaire avec l'espace libre occupé par les tours de Glover et de Gay-Lussac. Ce système, adopté dans deux usines belges, ne s'est guère répandu.

On a renoncé également aux cheminées d'air ménagées dans l'intérieur des chambres ainsi qu'aux tuyaux mettant en communication le haut et le bas des chambres; ces dispositifs, ayant pour but d'aider au refroidissement des gaz, sont jugés de peu d'efficacité.

Quelques perfectionnements ont été apportés dans le mode d'assemblage des chambres aux poteaux verticaux [illegible]

outre une économie de bois, une meilleure conservation des parois des chambres; on a constaté, en effet, que l'usure du plomb se manifeste généralement aux parties situées derrière les poteaux, où le refroidissement se fait moins bien.

L'eau nécessaire à la formation de l'acide sulfurique est introduite presque toujours sous forme de vapeur et le plus souvent par le ciel des chambres. Une pratique économique consisterait à se servir de la vapeur de décharge de la machine, en ayant soin, toutefois, de conserver dans le cylindre une contre-pression de $^1/_2$ atmosphère.

Afin de diminuer la consommation énorme de vapeur nécessitée de ce chef dans les fabriques importantes, on a imaginé d'introduire, au lieu de vapeur, de l'eau pulvérisée à l'aide d'un appareil approprié. Ce système est à l'essai dans un de nos grands établissements et paraît devoir aboutir à une solution satisfaisante. Faisons observer, cependant, que l'appareil est d'un fonctionnement assez délicat; la difficulté réside dans la pulvérisation parfaite de l'eau; ce travail exige une pression de 5 à 6 atmosphères au moins.

En ce qui concerne l'alimentation des chambres en acide nitrique, bien rares sont les usines où l'on opère encore la décomposition du salpêtre dans le canal de sortie des fours. Presque partout, on a substitué à cette pratique surannée l'introduction directe de l'acide nitrique dans la tour de Glover, placée, comme nous le savons, entre les fours et les chambres de plomb. Il est ainsi plus facile de régler exactement la consommation de l'acide nitrique, qui est

un produit cher. Quelques usines fabriquent elles-mêmes l'acide nitrique dont elles ont besoin ; d'autres l'achètent au dehors.

Tirage des fours.

Il est important, pour la bonne marche de la fabrication, d'avoir une circulation régulière des gaz depuis la sortie des fours jusqu'à leur évacuation par la cheminée. Bien des causes, provenant, tant du travail même du grillage que des variations atmosphériques, empêchent d'obtenir un tirage constant dans la cheminée.

Dans plusieurs usines, on essaie le réglage automatique du tirage au moyen d'une valve placée dans le canal de la cheminée ; l'ouverture de cette valve est réglée par les changements de dépression subis par l'atmosphère des chambres mêmes. Le fonctionnement d'un tel appareil, rationnel en lui-même, paraît devoir être assez délicat, eu égard aux grandes masses gazeuses qui sont en mouvement.

De plus, il y a à tenir compte des perturbations provoquées par la fréquence des vents dans nos pays. C'est ce qui a amené quelques fabriques à essayer le tirage forcé, que l'on peut régler à volonté, en plaçant un aspirateur à la sortie des chambres, avant le Gay-Lussac ou bien entre deux Gay-Lussac.

Aux usines de la Vieille-Montagne, chacun des dix systèmes de chambres sera ainsi pourvu d'un ventilateur ; les gaz aspirés des tours de Gay-Lussac seront refoulés dans un autre Gay-Lussac central, puis tra-

verseront une tour arrosée d'eau; cette disposition aura pour effet d'épuiser à fond les vapeurs nitreuses qui pourraient encore accompagner les gaz évacués par la cheminée.

c) Récupération des vapeurs nitreuses.

Condenseur de Gay-Lussac.

Pour récupérer l'excès des vapeurs nitreuses non utilisées dans les chambres et entraînées avec les gaz épuisés qui se rendent à la cheminée, il faut d'abord faire absorber ces vapeurs par de l'acide sulfurique à 60° B., puis dénitrifier l'acide nitroso-sulfurique qui s'est ainsi formé.

La première de ces opérations s'effectue dans la tour d'absorption de Gay-Lussac placée à la suite des chambres.

Cet appareil a généralement une section circulaire, plus rarement carrée; cette dernière forme est plus économique, mais moins solide. La tour est formée d'une paroi de plomb, garnie parfois d'un revêtement intérieur de briques peu épaisses. Le diamètre est en moyenne de 2 mètres et la hauteur utile de 10 mètres. On en trouve qui ont 20 mètres de hauteur, mais on préfère généralement, dans ce cas, pour la facilité du travail, se servir de deux appareils disposés parallèlement.

Le condenseur de Gay-Lussac est rempli le plus souvent avec du coke, des briques creuses ou bien avec des anneaux faits en matériaux inattaquables,

parfois avec plusieurs de ces produits combinés. Les briques creuses paraissent convenir mieux que les anneaux, qui livrent un passage trop direct aux gaz. Quant au coke, il est excellent parce qu'il offre une grande surface à l'action des gaz, à cause de sa porosité; mais il est sujet à s'encrasser et à se prendre en croûte dure; cet inconvénient se manifeste lorsqu'on travaille avec des gaz qui n'ont pas été convenablement refroidis et qui n'ont pas été débarrassés de leurs impuretés en traversant des chambres à poussières suffisamment grandes.

Les gaz des chambres circulent de bas en haut et rencontrent une nappe d'acide sulfurique qui descend en cascade et absorbe les vapeurs nitreuses. Dans certaines usines, on fait cheminer les gaz de haut en bas: on obtiendrait ainsi une récupération plus complète des vapeurs nitreuses et, grâce à ce mode de travail, on pourrait porter le diamètre du Gay-Lussac à 4 mètres.

Tour de Glover.

La tour de Glover, où s'effectue la dénitrification de l'acide nitrososulfurique, est parcourue par les gaz chauds des fours; elle ne peut donc pas être remplie avec du coke. On emploie la pierre de [illegible], après lui avoir fait subir une certaine préparation ayant pour but de détruire les matières attaquables par l'acide. On utilise aussi le silex, qui est facile à nettoyer en le soumettant à l'action de la chaleur. Les briques creuses sont peu recommandables parce

qu'elles éclatent lorsqu'on les chauffe pour les décrasser; elles sont d'ailleurs rongées par le fluor qui se dégage de certains minerais.

La hauteur de la tour de Glover est la même que celle du Gay Lussac, mais sa section est supérieure, puisqu'elle doit donner passage à un volume plus grand de gaz chauffés et dilatés; son diamètre utile est en moyenne de 2m50.

Ainsi que nous l'avons dit, c'est au haut du Glover que l'on introduit l'acide nitrique; on y fait couler également une certaine quantité d'acide des chambres, dont le contact refroidit les gaz des fours; par contre l'acide s'échauffe et se concentre.

Le plus souvent, chaque système de chambre comprend un Glover et un Gay-Lussac. Dans quelques usines, travaillant avec de grandes chambres, on installe deux et même trois Gay-Lussac par système. Parfois aussi, on établit un Glover après les chambres, ou Glover de queue.

En général, on donne aux tours d'absorption un volume variant entre 1 et 3 p. c. de celui des chambres.

Distribution des acides.

L'élévation et la distribution des différents acides dans les tours de Gay-Lussac et de Glover est un point important pour la marche normale de la fabrication; aussi a-t-on cherché à réaliser ces opérations de la manière la plus rationnelle et la plus régulière possible.

L'élévation des acides se fait presque exclusivement à l'aide de monte-acides à air comprimé, fonctionnant comme les monte-jus des sucreries.

Pour distribuer uniformément l'acide à la partie supérieure des tours, différents systèmes sont employés. Les plus usuels consistent en un tourniquet hydraulique ou bien en une série de tuyaux en plomb amenant aux différents points de la section l'acide qui se déverse sur une pièce centrale en grès ou en plomb.

M. Delplace préconise un système assez ingénieux. L'acide arrive d'abord dans un vase qui se vide et se remplit constamment ; à ce vase est adapté un syphon à deux branches raccordées à des niveaux différents de façon à fonctionner avec une hauteur motrice variant périodiquement entre certaines limites. L'autre extrémité du syphon débouche au centre de la tour et est percée de trous, par lesquels l'acide s'échappe avec une force variant sans cesse, produisant tantôt des jets très courts, tantôt des jets plus étendus, de sorte que toute la section se trouve alimentée.

Compteurs automatiques.

Dans beaucoup de fabriques, l'alimentation est con-[illegible] par l'adjonction de compteurs automatiques, [illegible] même spécialiste. Ces [illegible] permettent de con-[illegible] les quantités [illegible] et de Gay-

Lussac. Ils sont placés sur la conduite d'air comprimé et n'ont aucune pièce en contact avec l'acide; les

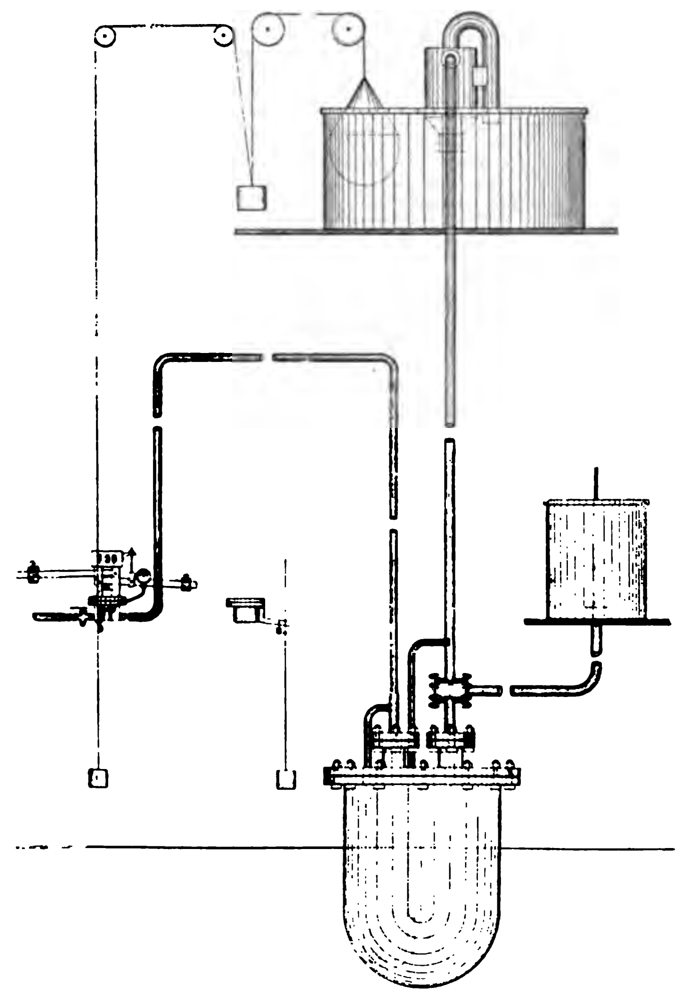


Fig. 5. — Compteur automatique de monte-acides.

organes ne sont donc pas susceptibles de se détériorer.

Voici le principe du fonctionnement de l'appareil :

Le courant d'air comprimé arrivant au monte-acide est intercepté par une soupape; lorsque celle-ci se soulève, elle agit au moyen d'un levier sur un compteur qui fait apparaître un numéro. Quand la soupape est fermée et que le monte-acide se remplit, une petite ouverture ménagée à cet effet dans la soupape permet à l'air du monte-acide de s'échapper. Dès que le monte-acide est plein, l'air comprimé fait pression sous la soupape et la soulève; le compteur fonctionne et en même temps l'acide s'élève dans le réservoir supérieur. Le monte-acide redevenant vide, la soupape retombe.

Grâce à un système de flotteurs, de contrepoids et de leviers en relation avec la soupape, celle-ci ne fonctionne que lorsque le niveau de l'acide dans le réservoir supérieur est descendu d'une certaine quantité. On peut donc avec ce compteur fixer à volonté le nombre de fois que le monte-acide doit se vider en vingt-quatre heures. L'appareil fonctionne aussi comme soupape de réduction empêchant de dépasser la pression voulue d'air sur le monte-jus.

Dans certaines usines, on a cherché à supprimer tout mécanisme pour l'élévation et la distribution de l'acide dans les tours. Le principe de l'appareil imaginé par M. Fraipont consiste à provoquer l'émulsion du liquide à élever au moyen d'air comprimé, introduit par des orifices d'une inclinaison déterminée pour que l'air agisse également par propulsion.

Si, dans un tube recourbé en forme d'U, on injecte

de l'air dans une des branches, le niveau du liquide montera dans cette branche par suite de sa plus faible densité, provoquée par l'émulsion de l'air dans ce liquide; celui-ci sera donc soulevé à un niveau supérieur à celui de son point d'alimentation. La caractéristique de cet appareil est l'absence complète de mécanisme et son fonctionnement automatique; le seul organe est le robinet d'admission d'air, qui a 5 à 10 millimètres de diamètre. Pour l'arrosage des tours, il n'est pas nécessaire d'avoir un réservoir supérieur, il suffit d'un distributeur spécial très simple, combiné avec l'émulseur; ce distributeur se compose uniquement d'un plateau sur lequel vient se projeter l'acide, qui est distribué sur un rayon de 1.50 à 2 mètres.

Rendement. — Emmagasinage. — Transport.

Quand la fabrication est conduite normalement, on obtient, par mètre cube de chambre en fonctionnement, un rendement de 4 kilogrammes d'acide à 53° B. avec les pyrites, et de 2.50 à 3 kilogrammes d'acide à 60° B. avec les blendes.

L'acide à 53° B. retiré des chambres est emmagasiné dans des réservoirs, pour être expédié ou utilisé dans l'usine même. Il peut être aussi concentré à 60 ou à 66° B., soit dans le Glover, soit dans des appareils spéciaux, dont nous parlons ci-après.

Signalons ici un appareil intéressant, qui fournit un contrôle automatique de la consommation : c'est le compteur-mesureur d'acide, que l'on place entre les

chambres et le réservoir. Il se compose essentiellement d'un grand cylindre de capacité connue, qui se remplit complètement. Lorsque ce cylindre est plein, l'acide se rend dans un petit récipient séparé; le poids de celui-ci augmente et agit sur un levier qui commande les soupapes d'arrivée et de sortie de l'acide du cylindre. La soupape d'arrivée se ferme, celle de sortie s'ouvre et l'acide du cylindre se rend dans le réservoir d'emmagasinement. Ce mouvement de bascule fait en même temps marquer un compteur. Lorsque le cylindre est vide et le petit récipient aussi, il y a mouvement en sens inverse des soupapes et le cylindre peut se remplir de nouveau.

L'acide sulfurique est expédié en touries ou bouteilles garnies d'osier d'une contenance de 60 litres environ. Le transport en grand s'effectue couramment au moyen de wagons-citernes d'une capacité de 10 et même 15 tonnes ; on utilise plus rarement des wagons chargés de huit grandes jarres en grès. Lorsque les circonstances s'y prêtent, l'acide sulfurique est également transporté dans des bateaux-citernes portant quatre ou six réservoirs cylindriques de 25 tonnes chacun.

Pour l'exportation, l'acide s'envoie en fûts de fer de 100, 200 et 300 litres ; pour de faibles quantités, on le met dans de petites touries en grès de 11, 17 et 30 litres, avec bouchons vissés, placées dans des caisses, les vides pouvant être remplis par des produits chimiques divers.

Concentration de l'acide sulfurique.

Ainsi que nous l'avons dit, la concentration à 60° B., suffisante pour beaucoup d'applications industrielles, peut s'effectuer au moyen du Glover lui-même; ce mode d'opérer est pratiqué par beaucoup d'usines.

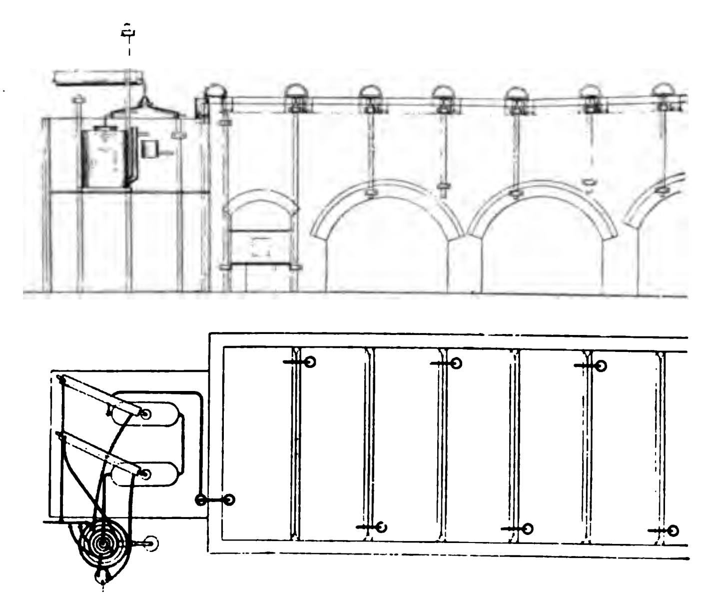


Fig. 6. — Appareil de concentration de l'acide sulfurique.

Dans d'autres fabriques, la concentration à 60° se fait dans une série de chaudières en plomb, placées en cascade et chauffées par en dessous; l'acide passe d'une chaudière à l'autre au moyen d'un syphon.

La concentration à 66° B. s'effectue dans des vases en verre, en porcelaine ou en platine, ou dans des appareils Kessler. En raison du prix élevé atteint

par les alambics de platine, ceux-ci sont de moins en moins employés; on utilise à leur place les capsules de porcelaine, beaucoup plus économiques, et surtout l'appareil Kessler, qui semble réaliser le procédé vraiment industriel pour la concentration de l'acide sulfurique à 60 et à 66°.

L'appareil en platine Delplace, qui est installé dans plusieurs de nos usines, permet d'obtenir 97 à 98 p. c.

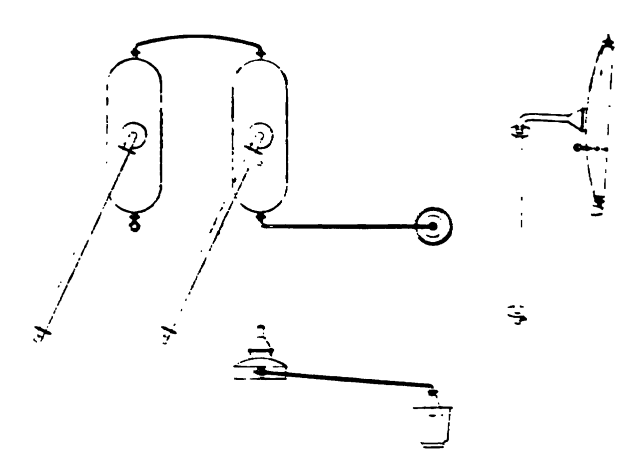


Fig. 7 — Alambics en platine système Delplace.

d'acide monohydraté. L'alambic de platine est à fond plat, afin d'obtenir l'uniformité du chauffage. Le condenseur est également en platine. On peut faire usage d'un, de deux ou de trois alambics. Lorsqu'on travaille avec deux appareils, le distillat fourni par le second est de l'acide chimiquement pur, que l'on concentre dans des vases en verre ou en porcelaine. L'appareil fonctionne sous le contrôle d'un pyromètre métallique

formé d'un tube contenant un bâton de graphite et garni d'une enveloppe de platine pour la partie plongeante.

Les vases en porcelaine employés pour la concentration sont généralement des capsules rondes dispo-

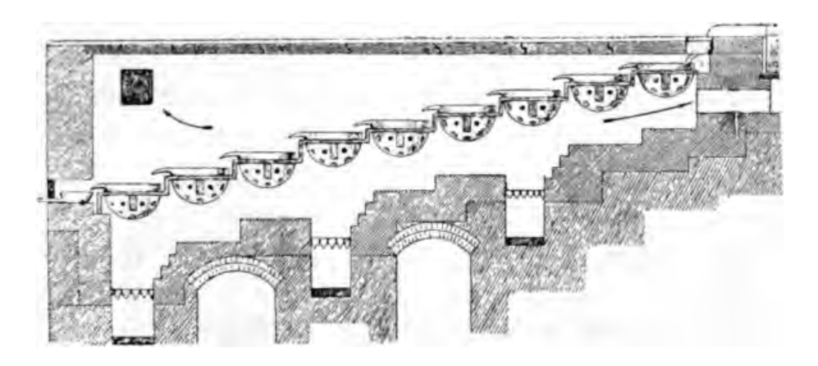


Fig. 8. — Appareil de concentration à vases en porcelaine (système Benker).

sées en cascade et chauffées par un ou plusieurs foyers (système Benker).

L'appareil Kessler est basé sur un principe tout différent. Ce principe consiste à faire barboter à la surface de l'acide les gaz chauds provenant d'un foyer à coke et à provoquer ainsi l'évaporation et le départ d'une certaine quantité d'eau. Outre un gazogène, l'appareil comporte une caisse carrée contenant l'acide et divisée en compartiments par des cloisons descendant jusqu'à la surface du liquide : c'est le *saturex*. Par-dessus, se trouve le *récupérateur*, formé de plateaux en pierre de Volvicq, superposés et percés

de trous par lesquels descend progressivement l'acide introduit à la partie supérieure. Les gaz, saturés de vapeur d'eau après leur passage dans la caisse, montent en traversant les plateaux perforés et sont obligés de barboter encore dans une couche d'acide,

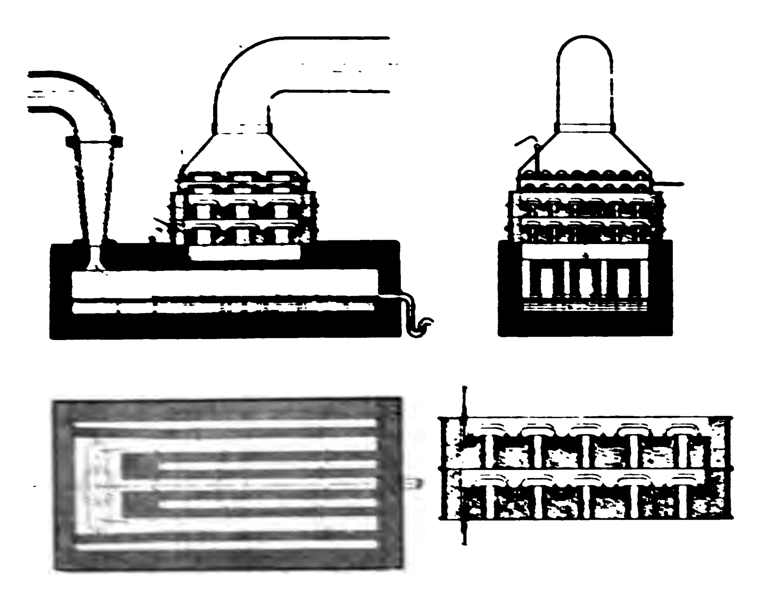


Fig. 9. — Appareil pour la concentration de l'acide sulfurique système Kessler.

grâce à des pièces spéciales en porcelaine qui s'ajustent sur chacune des ouvertures.

L'appareil peut être réglé pour concentrer à 60 ou à 66°. L'acide s'écoule d'une manière continue par un syphon ; il passe ensuite dans un réfrigérant où il est refroidi soit par de l'eau, soit par de l'acide à concentrer.

Quant aux gaz, ils sont aspirés au sortir du récupérateur, qui les envoie dans un *séparateur*, sorte de grande caisse en bois doublée de plomb et remplie de coke granuleux; ce coke forme filtre et retient mécaniquement les molécules d'acide liquide. Les eaux acides ainsi recueillies ont de 15 à 30° B ; elles sont conduites à la tour de Glover ou bien repassent dans le récupérateur pour être concentrées. Elles peuvent aussi être employées à quelque autre usage, par exemple au lessivage des pyrites cuivreuses grillées, après chloruration (voir plus loin). Les gaz et la vapeur d'eau sont finalement évacués soit par la cheminée de l'usine, soit par une petite cheminée en plomb particulière.

L'appareil Kessler donne régulièrement de l'acide à 96 et 97 p. c. de monohydraté.

Fabrication de l'acide sulfurique par contact.

Le principe de cette méthode de fabrication consiste à unir directement l'oxygène à l'anhydride sulfureux et à introduire l'anhydride sulfurique ainsi formé dans de l'acide sulfurique ordinaire que l'on peut obtenir au degré de concentration que l'on veut. Pour réaliser l'union des deux corps gazeux, on les fait passer en même temps au travers d'une matière catalytique, telle que la mousse de platine; ce corps jouit de la propriété de les condenser et d'élever suffisamment leur température pour que la combinaison chimique puisse s'effectuer.

La grande difficulté dans ce mode de fabrication est d'obtenir l'anhydride sulfureux très pur et surtout exempt d'arsenic, sinon la mousse de platine s'encrasse facilement et ne joue plus alors le rôle que l'on attend d'elle.

On fabrique couramment en Allemagne de l'acide sulfurique par ce procédé; on l'utilise principalement dans les fabriques de couleurs d'aniline. En Belgique, des essais ont été entamés dans trois usines; ils se poursuivent encore dans deux de ces établissements. Les systèmes expérimentés sont, l'un d'invention allemande, l'autre d'invention française. L'on ne voit guère de motifs pour que ces essais ne puissent aboutir à des résultats concluants, mais il est à craindre que le manque de consommateurs de ce produit, en Belgique, ne retarde quelque peu l'adoption des nouveaux procédés dans la pratique courante de l'industrie.

Sous-produits de la fabrication.

Dans quelques usines les boues extraites des chambres de plomb fournissent certains produits accessoires dont on tire parti. Ce sont : le sulfate de plomb, des composés de sélénium et de thallium, corps qui accompagnent certains minerais soumis au grillage.

Ces sous-produits se recueillent en petite quantité et ont peu d'importance commerciale.

PRODUCTION. — COMMERCE.

L'acide sulfurique est fabriqué en Belgique dans 26 établissements, que nous pouvons répartir en deux classes :

Onze usines produisent soit exclusivement l'acide sulfurique, soit, en même temps, d'autres produits chimiques, tels que : l'acide nitrique, le sulfate de soude et divers composés ;

Seize usines s'occupent conjointement de la fabrication de l'acide sulfurique et des superphosphates et, parfois aussi, de divers autres produits chimiques accessoires. La fabrication des superphosphates a souvent été annexée après coup ; dans d'autres cas, ces usines ont été créées spécialement en vue de la production de ces engrais chimiques.

Le volume total des chambres de plomb dont dispose l'ensemble de ces établissements peut être évalué à 387,000 mètres cubes.

La production annuelle d'acide sulfurique, bien que considérable, est loin d'atteindre au chiffre que l'on pourrait obtenir avec une telle capacité si les appareils étaient en complet fonctionnement. Elle s'est élevée, pour l'année 1903, à environ 310,000 tonnes d'acide à 60° B.

La restriction de la fabrication a sa raison dans ce fait qu'il existe, entre la plupart des fabricants, une entente en vertu de laquelle la production de l'acide est réglée chaque année suivant l'importance de la demande. Les commandes sont distribuées aux di-

2° Acide nitrique.

Fabrication.

L'acide nitrique est obtenu par décomposition à chaud du nitrate de sodium, ou salpêtre du Chili, au moyen de l'acide sulfurique. Dans cette réaction, il se dégage des vapeurs d'acide nitrique que l'on recueille et que l'on condense. Le résidu, appelé généralement sulfate acide de soude, est un mélange de sulfate neutre et de sulfate acide de sodium. Il est vendu aux verreries ou aux fabricants de cristaux de soude après avoir été transformé complètement en sulfate neutre par calcination.

Le salpêtre du Chili est importé par Anvers ou Dunkerque. Son prix est fort variable : normalement, il oscille entre 23 et 25 francs.

La réaction entre le nitrate de soude et l'acide sulfurique s'opère soit dans de petits cylindres, soit dans de grandes chaudières en fonte, verticales ou horizontales ; elles sont munies d'ouvertures pour l'introduction du sel et de l'acide, ainsi que d'un tuyau pour le départ des gaz acides. Ces appareils sont placés dans des fours chauffés par un ou plusieurs foyers.

La condensation des vapeurs acides se fait dans des bonbonnes en grès installées en batterie, auxquelles on adjoint souvent des serpentins en grès, pour le refroidissement des gaz à leur sortie de la cornue, et de petites tours d'absorption en grès, remplies de matériaux inattaquables par les acides, dans lesquelles on

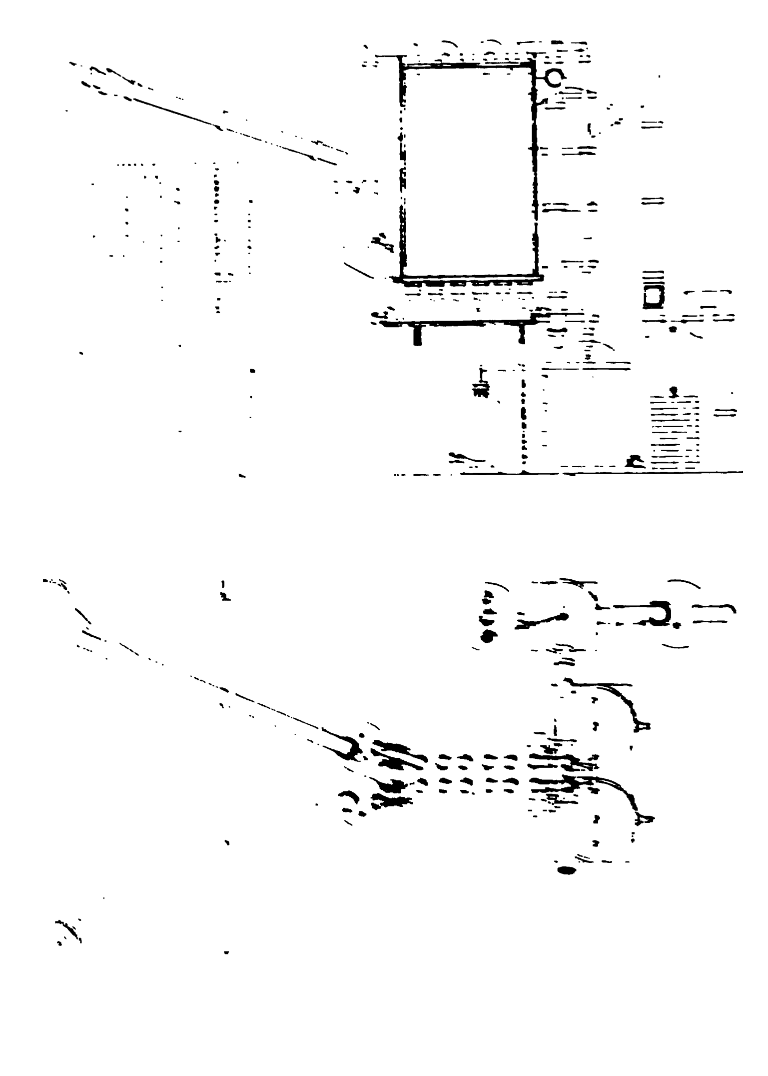
courant d'eau condense les dernières traces d'acide.

La bonne qualité des appareils en grès, surtout de ceux qui reçoivent les gaz les plus chauds, est un point très important dans la fabrication. On n'est pas encore parvenu à fabriquer en Belgique des tuyaux et des touries qui donnent entière satisfaction sous ce rapport. Beaucoup d'industriels préfèrent s'adresser à l'Allemagne et surtout à l'Angleterre; c'est ce dernier pays qui fournit les produits les plus solides et les plus estimés.

Dans la plupart des usines, on a adopté des systèmes perfectionnés, tels que la *condensation Guttmann-Rohrmann,* le *procédé Valentiner* et le système américain *Sgoklund.*

Condensation Guttmann-Rohrmann. — Dans le système Guttmann-Rohrmann, les gaz venant des cornues se condensent rapidement, d'abord dans une première tourie, où on recueille l'acide le plus concentré et le plus impur, puis dans une série de longs tuyaux verticaux en grès, permettant à l'acide de s'écouler constamment par le bas. La plus grande partie de l'acide nitreux et du chlore formés pendant la réaction, et qui accompagnent l'acide nitrique, reste volatile. Un dispositif placé près de la sortie du four introduit constamment de l'air dans les gaz et transforme l'acide nitreux en acide nitrique, dans les cornues ou dans la batterie. L'acide condensé, après avoir traversé un réfrigérant, s'accumule dans deux réservoirs collecteurs pourvus de tubes pour le dégagement des gaz, qui viennent rejoindre ceux qui

s'échappent de la batterie. Ensemble, ils passent dans une tour d'absorption, remplie de boules creuses en



grès, puis traversent encore une tourie qui en retient les dernières traces. L'acide sortant de la tour est élevé dans le couvercle de celle-ci par un monte-acide automatique et un tuyau en verre (figurés à gauche dans le dessin); cet acide retombe en pluie et il s'établit ainsi une circulation continue dont le résultat est d'enrichir l'acide.

Les boules creuses Guttmann constituent incontestablement un excellent système de remplissage des tours d'absorption. Grâce à la disposition ingénieuse des cavités et quelle que soit la position des boules le liquide ne passe que goutte à goutte d'une boule à l'autre et le passage des gaz dans l'intérieur des boules se trouve contrarié le plus possible. La batterie Guttmann permet d'obtenir un acide à densité constante et à une teneur de 95 à 97 p. c. (42 à 48° B.). Cet acide est surtout utilisé pour la fabrication des explosifs et des matières colorantes.

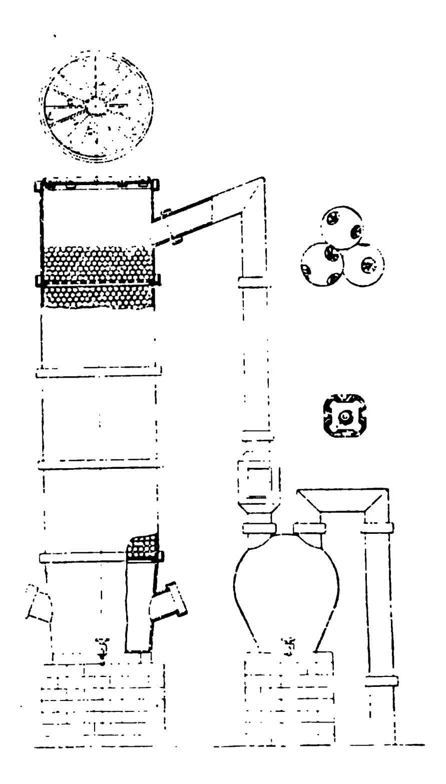


Fig. 11. — Tour d'absorption avec boules (système Guttmann-Rohrmann).

Procédé Valentiner. — Par le procédé Valentiner, on peut également obtenir de l'acide nitrique pur, débarrassé autant que possible de produits nitreux et de chlore, à une moyenne de 44° B. Cette méthode de fabrication est caractérisée par ce fait que la réaction entre l'acide sulfurique et le nitrate se fait dans le vide partiel. De ce chef, cette réaction se passe à une température moins élevée que dans les autres procédés; elle se fait rapidement et avec très faible dégagement de gaz. Les vapeurs, après avoir traversé une première bonbonne protectrice pour la condensation du premier acide, sont refroidies successivement dans deux serpentins entourés d'eau et condensées dans deux séries de touries en grès. La pompe à vide se trouve tout à la fin de l'appareil. Il est indispensable, pour assurer le bon fonctionnement de la pompe, de retenir les dernières traces d'acide; à cet effet, les dernières touries contiennent du lait de chaux dans lequel les gaz doivent barboter avant d'atteindre la pompe. De plus, on fait usage d'une pompe à piston liquide, alimentée par de l'eau faiblement alcalinisée. Comme dans le procédé Guttmann, on introduit un peu d'air dans les gaz à condenser, chose facile à réaliser à cause de la dépression qui existe dans les appareils de condensation.

Système Sgoklund. — Le système américain Sgoklund, qui se distingue par son faible coût d'installation et le peu d'espace qu'il occupe, comporte une petite tour d'absorption d'environ 40 centimètres de diamètre et 2m40 de hauteur, remplie de quartz ou

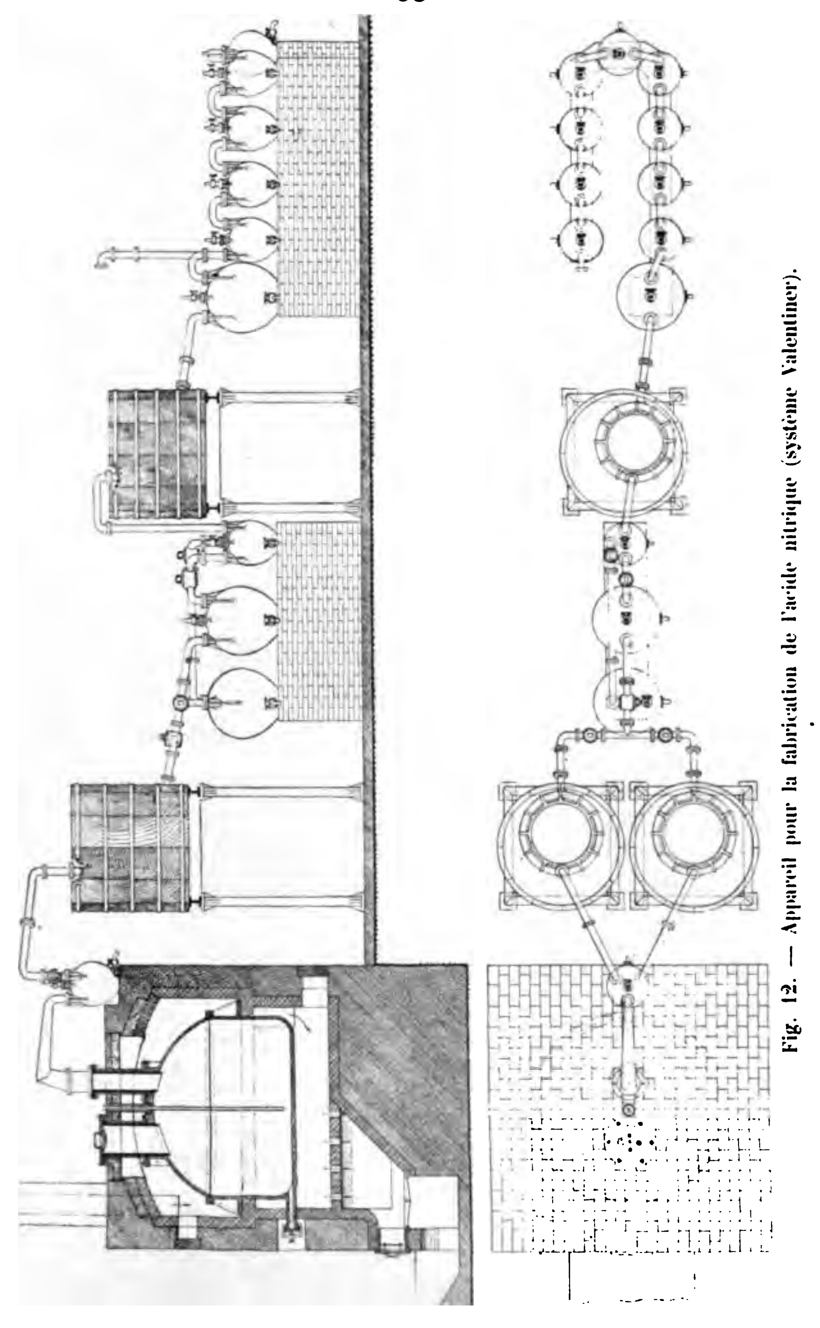


Fig. 12. — Appareil pour la fabrication de l'acide nitrique (système Valentiner).

d'autre matière convenable, et une spirale à condensation. Le condenseur est en grès pour la production d'acide léger et en plomb s'il s'agit de fabriquer de l'acide à haute densité.

Production. — Commerce.

L'acide nitrique à 36° est le plus couramment fabriqué. Employé pour les usages ordinaires, on l'apelle communément *eau forte*. Quelques usines le produisent à tous degrés, jusque 45 et même 48° pour la fabrication des explosifs, de la soie artificielle, etc.

On obtient l'acide nitrique *blanc*, c'est-à-dire, débarrassé complètement des produits azoteux et hypoazoteux, en faisant traverser l'acide par un courant d'air préalablement chauffé. Cette opération peut se réaliser facilement dans l'appareil Guttmann, en introduisant dans le collecteur un peu d'air comprimé, que l'on chauffe préalablement au moyen d'un serpentin placé dans le canal de fumée de la cornue. Les gaz nitreux enlevés de l'acide nitrique sont réabsorbés par de l'acide sulfurique et sont utilisés dans la fabrication de cet acide.

L'acide nitrique est produit en Belgique par 15 usines. La plupart le fabriquent surtout en vue de leurs propres besoins.

La production annuelle, calculée en acide à 36° B., dépasse 11,000 tonnes. La majeure partie de cette quantité est utilisée dans la fabrication de l'acide sulfurique, de la nitroglycérine, de la dynamite et de la nitrocellulose, destinée à la préparation de la poudre

sans fumée et de la soie artificielle; une petite quantité sert à fabriquer du nitrate d'ammoniaque.

Environ 2,000 tonnes, comprenant aussi de l'acide chimiquement pur, sont exportées, principalement en France, en Allemagne et en Hollande.

Le prix de l'acide nitriqne à 36° B. est actuellement de 22 fr. 50 c. à 23 fr. 50 c. les 100 kilogrammes. Ce prix est, d'ailleurs, sujet à fluctuations; il dépend du cours du nitrate de soude dont la valeur correspondante est de 23 à 25 francs les 100 kilogrammes à Anvers.

L'acide nitrique blanc atteint le prix de 30 francs.

L'expédition de l'acide nitrique se fait dans des touries en verre de 60 à 62 litres.

3° Sulfate de soude et acide chlorhydrique.

Fabrication.

La fabrication de l'acide chlorhydrique et du sulfate de soude se fait par le procédé ancien, lequel consiste à décomposer le sel marin ou chlorure de sodium par l'acide sulfurique.

On utilise généralement le sel gemme de provenance allemande; il revient de 11 à 13 francs la tonne à l'usine. On y mélange parfois du sel brut plus ou moins pur, provenant des fabriques de salpêtre.

La décomposition s'effectue dans un four comprenant deux parties. Dans la première, chauffée directement par les flammes du foyer, se trouve une cuvette en fonte, en acier spécial, ou en plomb si l'on veut

obtenir du sulfate de soude pur et exempt de fer. Dans cette cuvette, où l'on introduit le sel et l'acide sulfurique, a lieu le départ de la moitié de l'acide chlorhydrique, par suite de la formation du sulfate acide de sodium. Lorsque la masse est arrivée à un état de consistance pâteuse, on l'amène dans la seconde partie du four, qui possède une sole à moufle appelée *calcine*. Là, s'opère le départ de l'autre moitié de l'acide chlorhydrique par suite de la transformation du sulfate acide en sulfate neutre de sodium. On fait tomber celui-ci dans des caves, où il séjourne pendant quelques heures pour se refroidir.

Les vapeurs acides, qui se dégagent de la cuvette et de la calcine, se réunissent et sont recueillies dans des appareils de condensation analogues à ceux employés dans la fabrication de l'acide nitrique. On les conduit dans des tours en pierre de Volvicq et en briques réfractaires, puis dans une série de bonbonnes, et, enfin, dans une tour de queue. Les bonbonnes sont parfois remplacées par des tuyaux réfrigérants en grès, moins encombrants et moins fragiles. Le remplissage des tours se fait avec du coke, de petits plateaux ou des boules Guttmann.

Le premier acide condensé contient de l'acide sulfurique et n'est pas utilisé. L'acide commercial recueilli a une densité de 18 à 22° B.

Dans quelques usines on produit l'acide chlorhydrique pur, pour l'usage des glucoseries. Cette rectification s'opère, après avoir préalablement séparé les produits ferreux et ferriques, en déplaçant l'acide chlorhydrique par l'acide sulfurique; l'acide chlorhy-

drique qui se dégage est de nouveau condensé dans une tour d'absorption.

Production. — Commerce.

L'acide chlorhydrique s'expédie en dames-jeannes contenant 75 à 76 kilogrammes, ou en wagons spéciaux avec cuves en fer doublées d'ébonite; les wagons avec cuves en bois goudronnées à l'intérieur sont peu pratiques et ne sont plus guère employés.

L'acide chlorhydrique sert à la fabrication de l'acide acétique, du chlorure de zinc et du cuivre de cément. Il est également utilisé dans le traitement des os en vue de l'extraction de la gélatine. Les gaz acides des fours à sulfate sont employés dans la fabrication du chlorure de chaux par le procédé Deacon, ainsi que nous le verrons plus loin.

Le prix de l'acide chlorhydrique est un peu inférieur à celui de l'acide sulfurique.

Le sulfate de soude est vendu en partie aux fabricants de cristaux de soude, pour fabriquer des cristaux mixtes, ou du sel de Glauber en aiguilles. Mais son débouché principal est la verrerie, où il ne peut pas être complètement remplacé par le carbonate de soude, pour certaines fabrications tout au moins. L'acidité du sulfate de soude serait, en effet, nécessaire pour détruire les matières organiques qui se trouvent dans la composition du verre.

Au point de vue économique, l'emploi du sulfate serait, d'après certains industriels, plus avantageux que celui du carbonate. En effet, pour produire le

même effet que 100 kilogrammes de carbonate, valant 9 fr. 50 c. les 100 kilogrammes, il faut 152 kilogrammes de sulfate, représentant, à raison de 4 fr. 30 c. les 100 kilogrammes, une valeur de 6 fr. 50 c. environ.

La fabrication du sulfate de soude et de l'acide chlorhydrique est réglée comme celle de l'acide sulfurique, par la Société coopérative l'*Union commerciale,* dont nous avons parlé précédemment. Ces deux produits sont fabriqués par 11 usines; en 1903, la production a été de 28,300 tonnes de sulfate de soude et de 27,500 tonnes d'acide chlorhydrique.

L'exportation de ces deux produits est peu considérable.

II. — PHOSPHATES DE CHAUX.

1° Superphosphates ordinaires.

Matières premières.

Les superphosphates sont des engrais chimiques obtenus en traitant par de l'acide sulfurique de concentration moyenne des phosphates naturels plus ou moins impurs. Cette opération a pour but de transformer plus ou moins complètement le phosphate de chaux neutre ou tricalcique, insoluble, en phosphate acide, soluble dans l'eau et, par conséquent, facilement absorbable par les racines des plantes.

Acide sulfurique.

On emploie l'acide sulfurique à 53° B., tel qu'il sort des chambres, mais, plus généralement, de l'acide concentré à 69° B. dans la tour de Glover. Dans certaines usines, on utilise l'acide ayant déjà servi dans les distilleries de goudron.

Phosphates naturels.

Les phosphates travaillés proviennent des exploitations du pays ou sont importés de l'étranger. Les phosphates du bassin de Liége ont une teneur de 48 p. c. minimum; ils sont payés à raison de 38 à 40 centimes par unité de phosphate de chaux tribasique.

Les phosphates de Baudour ont une richesse de 57 à 63 p. c.; ils se vendent à raison de 57 à 60 centimes l'unité. Les craies phosphatées de Mons, dont la teneur varie de 45 à 50 p. c., ont eu des prix peu différents de ceux des phosphates de Liége.

Les différents phosphates belges sont le plus souvent mélangés, mais ils ne permettent guère d'obtenir des superphosphates d'une teneur supérieure à 15 ou 16 p. c. On leur adjoint, dans la plupart des fabriques, des phosphates de provenance étrangère, tels que ceux de France et d'Algérie, ceux du Tennessee et de la Floride, ceux du Japon, de l'île d'Arruba (petites Antilles), des îles Christmas Island (Océanie), etc.

Les phosphates étrangers sont généralement plus purs et plus riches; leur valeur atteint de 5 à 6 francs

les 100 kilogrammes, alors que celle des phosphates belges n'est en moyenne que de 2 fr. 50 c. à 3 francs les 100 kilogrammes.

Fabrication.

La fabrication des superphosphates comprend les opérations suivantes :

1° Broyage des phosphates naturels;

2° Traitement des phosphates broyés par l'acide sulfurique;

3° Séchage des superphosphates;

4° Pulvérisation, tamisage, ensachement.

Broyage des phosphates.

Pour que l'action de l'acide sulfurique soit uniforme et complète, il convient que les phosphates soient au préalable finement pulvérisés. Cette opération se fait généralement par les exploitants de phosphates. Cependant, les phosphates étrangers arrivent presque toujours en roches et doivent être broyés soit par la maison d'importation, soit par le fabricant de superphosphates lui-même; parfois même, ces phosphates doivent être soumis à un séchage préliminaire dans des appareils dont nous parlerons plus loin.

Le phosphate en roches passe d'abord dans un concasseur à mâchoires qui le débite en morceaux plus petits; puis il est pulvérisé par des meules ou mieux par des appareils plus énergiques et à grand rendement tels que le broyeur à boulets Krupp, décrit précédemment, ou le moulin américain Griffin.

Le broyeur Griffin se compose essentiellement d'une meule fixée à l'extrémité d'un arbre suspendu par un joint universel; cette meule peut donc tourner libre-

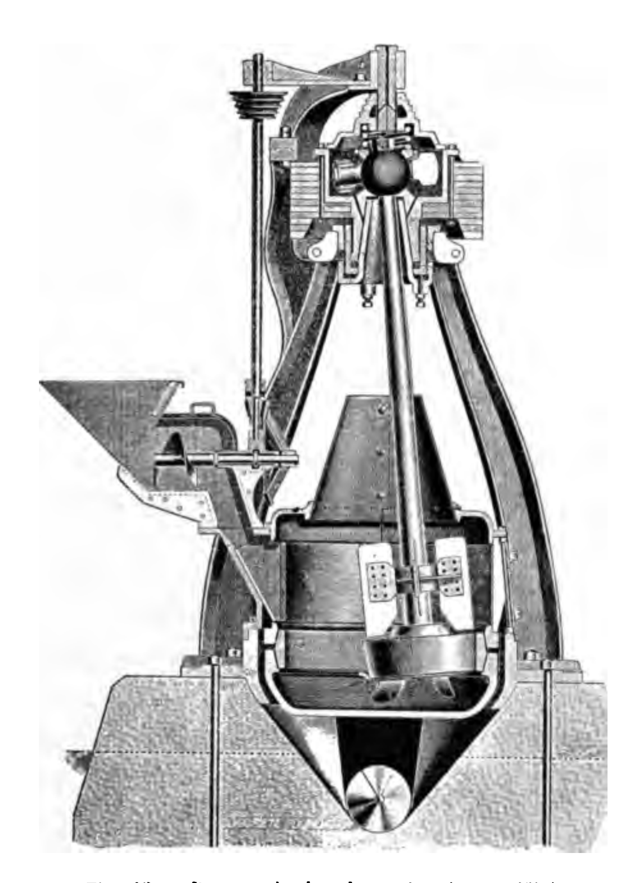


Fig. 13 — Broyeur à phosphates (système Griffin).

ment contre un anneau-mortier, en vertu de la force centrifuge. La matière à pulvériser, introduite d'une manière continue par un mécanisme automatique, tombe dans le fond de l'anneau-mortier où elle est

constamment remuée par des sabots fixés au-dessous du cylindre broyeur. Elle est écrasée entre celui-ci et l'anneau-mortier, qui tournent en sens inverses l'un de l'autre. Le produit fini monte, passe par des tamis et redescend extérieurement dans un réservoir placé en dessous de l'appareil et muni d'une vis d'Archimède. Un petit ventilateur fixé à l'arbre, au-dessus du cylindre broyeur, aspire l'air par l'ouverture du cône et le lance sur les tamis, qui, ainsi, ne peuvent pas s'obstruer par la poussière.

Traitement par l'acide sulfurique.

Anciennement, dans les fabriques peu importantes, le mélange du phosphate et de l'acide sulfurique se faisait à la main, sur une aire découverte; on faisait tomber la masse encore fluide dans des fosses en maçonnerie cimentée. Ce procédé primitif a presque complètement disparu. On trouve encore des usines où le travail s'effectue dans des cuves rectangulaires en maçonnerie, peu profondes, à demi enterrées et adossées aux quatre côtés d'une cheminée centrale servant à l'évacuation des vapeurs acides. Ces réservoirs sont fermés par des couvercles en fer demi-cylindriques qu'on peut soulever à volonté à l'aide d'une chaîne à contrepoids.

Presque partout, on a substitué à ces systèmes rudimentaires des malaxeurs mécaniques en fonte, à axe horizontal, ou plus souvent à axe vertical, munis d'un agitateur avec palettes disposées en hélice. Ces mala-

xeurs, dont le fond est hémisphérique, ont un diamètre de 1.50 à 3 mètres et une profondeur de 70 centimètres à 1 mètre. Ces appareils sont à travail intermittent; le malaxage continu n'est pas pratiqué en Belgique.

L'acide sulfurique doit être introduit en quantité exactement déterminée, variable avec la composition du phosphate; on se sert dans ce but de bacs jaugeurs en plomb. Ce point est important, non seulement au point de vue de la qualité du superphosphate, mais encore de la facilité du séchage subséquent.

Au sortir du malaxeur, où le mélange ne séjourne

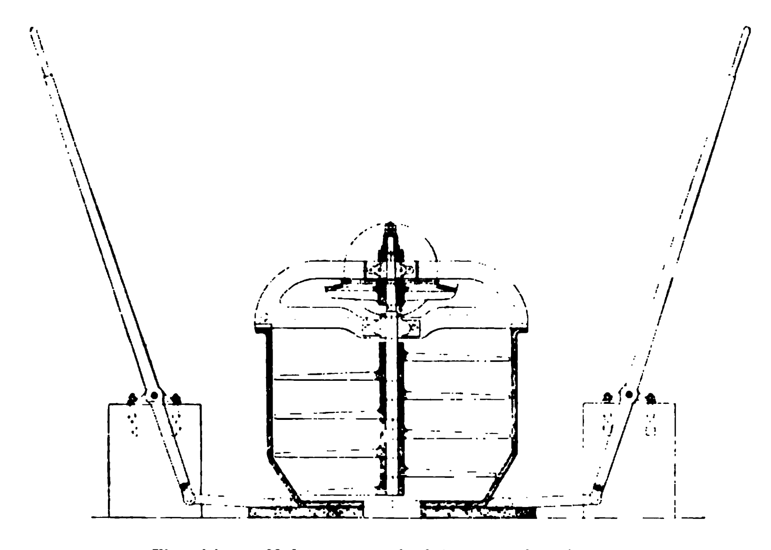


Fig. 14. — Malaxeur vertical à superphosphates.

que quinze ou vingt minutes, la matière tombe dans des *caves* placées en contre-bas, où la réaction s'achève pendant dix à douze heures. Ces caves sont des loges en maçonnerie fermées de trois côtés; on obture le

quatrième côté à l'aide de planches, après remplissage. Elles doivent être assez grandes pour faciliter l'accès de l'air et rendre moins pénible le travail de vidange par les ouvriers.

Souvent, le malaxeur est placé à cheval sur deux caves; il est alors muni de deux ouvertures fermées par des clapets à contrepoids. Parfois, pour des raisons d'économie, on installe un malaxeur mobile sur un chariot qui, en se déplaçant sur rails, peut desservir successivement chacune des caves.

Dans quelques usines, des exhausteurs installés au niveau supérieur aspirent les gaz nuisibles pour la santé; c'est ainsi qu'on recueille les vapeurs de fluorure de silicium et d'acide fluorhydrique formées par la décomposition du fluorure de calcium; ces vapeurs sont employées pour la préparation du fluosilicate de soude, ainsi que nous l'expliquerons plus loin.

Séchage.

Le séchage du superphosphate est souvent une question qui préoccupe à juste titre les fabricants. Pour certains produits, ceux provenant du traitement de phosphates suffisamment riches en calcaire, cette opération n'offre aucune difficulté; au bout de deux jours la matière se sèche d'elle-même, à l'air libre. Il n'en est pas de même pour d'autres superphosphates, notamment ceux fabriqués avec des phosphates contenant une forte proportion d'alumine et de fer. Le séchage en tas, à l'air libre, exige beaucoup de temps

et nécessite des magasins énormes. On a donc amélioré l'opération en activant artificiellement l'évaporation au moyen de la chaleur.

Le moyen le plus simple consiste à sécher la matière sur des taques en fonte, chauffées par les flammes d'un foyer circulant à travers des chicanes. Un autre système, fort en usage au début, mais qui tend à disparaître, comprend une étuve dans laquelle on introduit des wagonnets à étages sur lesquels on charge la matière. Dans d'autres usines, on fait usage d'un tablier sans fin se mouvant à vitesse très lente dans un canal en maçonnerie incliné ayant un foyer à son point le plus bas; ce tablier est garni d'une série de plateaux en tôle qu'un ouvrier charge à mesure d'une couche de superphosphate peu épaisse. Arrivé au point le plus haut, celui-ci tombe par un couloir dans une fosse, tandis que les gaz chauds s'échappent par la cheminée. Tous ces appareils ont le défaut d'exiger trop de main-d'œuvre et de combustible et de ne pas remuer la matière.

Pour obtenir un bon séchage, il est nécessaire que les surfaces exposées à l'air chaud soient renouvelées; toutefois, cette manipulation doit s'exécuter délicatement, sinon le superphosphate s'agglutine en boules, ce qui constitue un grave inconvénient au point de vue de son épandage par les semoirs mécaniques. C'est pour ce motif que l'on a abandonné les séchoirs verticaux, dans lesquels la matière tombait successivement sur des tabliers à secousses, inclinés et placés en regard les uns des autres.

Les séchoirs les plus usités actuellement sont de

deux systèmes : les séchoirs à volets, qui sont les plus répandus, et les séchoirs à tambour rotatif.

Le séchoir à volets, dont le système Delplace représente le type le plus rationnel, comporte six à dix étages constitués chacun par une série de volets pouvant basculer autour d'axes horizontaux. La matière passe, successivement et après un court séjour, d'un étage à l'autre et tombe finalement dans une trémie pour être chargée sur wagonnet. Tous les volets d'un étage se manœuvrent en même temps de l'extérieur. Les gaz du foyer traversent chacun des étages et s'échappent du côté opposé, après avoir chauffé l'air qui entre par des carnaux ménagés à cet effet dans la maçonnerie.

Parmi les systèmes à tambour rotatif, nous ne ferons que mentionner celui formé d'un cylindre à double enveloppe chauffé par la vapeur de décharge de la machine. On emploie le plus souvent des appareils à séchage intensif composés d'énormes trommels tournant assez vite et dans lesquels débouchent soit de l'air chauffé séparément, comme dans le système Heyman Nitsch, soit directement les gaz chauds d'un foyer disposé à l'entrée du cylindre. Dans ces systèmes, le superphosphate est tamisé à chaud.

Pulvérisation, tamisage et ensachement.

Lorsque le produit s'y prête, il peut être mis en sacs directement après séchage, ou après tamisage. Mais, le plus souvent, il doit encore subir une pulvérisation et un tamisage. L'appareil le plus généra-

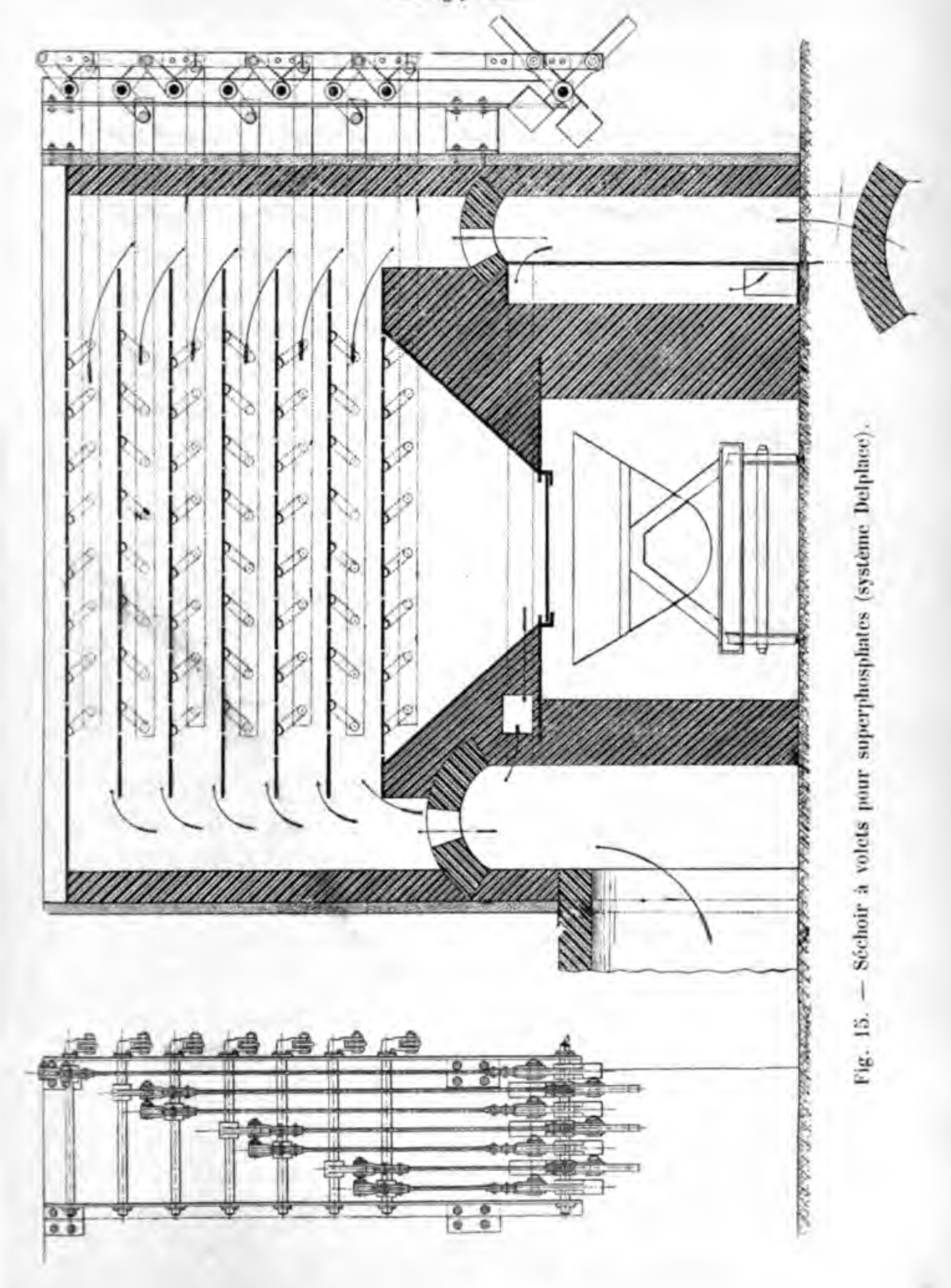


Fig. 15. — Séchoir à volets pour superphosphates (système Delplace).

ement employé dans ce but est le broyeur Carr, qui donne de bons résultats lorsque la matière a été bien séchée. On utilise également des broyeurs fouetteurs, suivis de tamis à secousses; ces appareils sont analogues à ceux en usage dans la préparation des guanos dissous, dont nous nous occupons ci-après.

Disposition générale de l'atelier.

La fabrication des superphosphates mettant en mouvement de grandes masses pondéreuses, il est de toute importance de combiner l'installation de manière à faciliter les transports le plus possible et à éviter tout déplacement inutile de matières. La disposition des appareils *en cascade* est donc la plus rationnelle. Le phosphate, sortant du broyeur, est d'abord élevé par une chaîne à godets jusqu'au plancher supérieur de l'usine, où se trouvent installés les malaxeurs, alimentés par les bacs jaugeurs d'acide. Des malaxeurs, la matière tombe dans les *caves*, dont le sol constitue l'étage intermédiaire. A la sortie des *caves*, le superphosphate est amené au niveau supérieur du séchoir, qui se trouve de plein pied avec elles. Au niveau inférieur de l'usine, les wagonnets conduisent la matière sèche à un élévateur qui a pour fonction d'alimenter le broyeur Carr. Sous ce dernier se trouve une bascule automatique pour le remplissage et le pesage des sacs.

En vue de faciliter le transport et le chargement sur wagons, certaines usines ont installé des trainages

automatiques ou de petits chemins de fer aériens, avec monte-charges aux endroits convenables. L'électricité est de plus en plus mise à contribution pour assurer le fonctionnement des divers appareils, souvent assez éloignés du moteur.

Dans les fabriques de superphosphates, le travail, notamment le service des caves, l'emmagasinage, l'ensachement, se fait à la pièce, plus rarement à la journée. Dans ce dernier cas, une certaine tâche est imposée.

Production. — Commerce.

L'industrie des superphosphates a pris en Belgique une grande extension, à raison de la diffusion croissante des principes agronomiques et de l'adoption, de plus en plus générale, des méthodes rationnelles de culture. Son développement a, d'ailleurs, été facilité par la grande quantité d'acide sulfurique que nos usines ont été amenées à produire et qui a trouvé, dans cette fabrication, un de ses débouchés les plus importants.

Cette industrie est représentée par 33 établissements, dont 16 sont outillés pour fabriquer eux-mêmes leur acide sulfurique. Les 17 autres sont généralement de moindre importance. On en compte 11 qui occupent de 8 à 30 ouvriers et 5 occupant de 30 à 80 ouvriers en moyenne.

La production totale des superphosphates a été, en 1903, d'environ 229,000 tonnes. De cette quantité, environ 120,000 tonnes ont été exportées, principale-

ment en France, en Espagne, en Hollande et dans les pays de la mer Baltique.

Jusqu'en ces derniers temps, la plupart des fabricants ont été syndiqués, dans le but de se répartir les commandes d'après la capacité de leur outillage. La vente à l'intérieur et l'exportation se faisaient d'après ces conventions. Cette entente commerciale a cessé d'exister.

La richesse d'un superphosphate s'estime en raison de sa teneur en acide phosphorique assimilable ou soluble dans le citrate d'ammoniaque. Cette teneur est comprise entre 10 et 20 p. c. pour les phosphates ordinairement livrés à l'agriculture.

Les superphosphates s'expédient le plus souvent en sacs de 100 kilogrammes. Quelquefois, les envois se font en vrac, par bateau, s'il y a lieu d'adopter ce mode de transport.

Les superphosphates se vendent actuellement à raison de 33 ou 34 centimes par unité d'acide phosphorique, ce qui met le prix d'un sac de 100 kilogrammes, à 5 ou 6 francs pour les produits des teneurs les plus courantes, c'est-à-dire, variant de 15 à 18 p. c.

Superphosphates d'os.

Après extraction de la graisse et de la gélatine, les os donnent un résidu contenant du phosphate de chaux tricalcique et, par conséquent, insoluble. Cette matière est employée directement comme engrais phosphaté à action lente. Elle peut également être

transformée en superphosphate à assimilation plus rapide. C'est ce qui se pratique dans l'une de nos fabriques d'acide sulfurique.

Cette usine produit annuellement environ 500 tonnes de cet engrais, qui est entièrement exporté, principalement en France.

Le superphosphate d'os titre de 16 à 18 p. c. d'acide phosphorique soluble dans le citrate d'ammoniaque et se vend à raison de 53 à 54 centimes l'unité.

Superphosphates de noir d'os.

Le noir animal ayant servi à la clarification des jus de sucreries contient une bonne proportion de phosphate tricalcique pouvant être transformé en superphosphate par traitement à l'acide sulfurique. L'établissement s'occupant de cette fabrication en produit 400 tonnes par an, entièrement consommées en Belgique. Par suite des nouveaux procédés introduits dans la sucrerie, le noir d'os est de moins en moins employé. Ce résidu des sucreries devient, par conséquent, de plus en plus difficile à se procurer.

Le superphosphate de noir d'os renferme de 15 à 17 p. c. d'acide phosphorique et vaut 44 centimes l'unité.

2° Guano dissous.

Matières premières.

On donne le nom de *guano dissous* à du guano ayant subi un traitement par l'acide sulfurique, de façon à rendre son acide phosphorique facilement soluble dans l'eau. Cette préparation constitue donc une industrie connexe de celle des superphosphates.

Les guanos bruts proviennent, pour la plus grande part, du Pérou; mais, il en vient aussi du Damaraland (Afrique occidentale). Leur valeur dépend de leur richesse en azote, en acide phosphorique et en potasse, les trois éléments de fertilisation utilisés par la plante. Cette teneur est fort variable, ainsi que le montrent les chiffres suivants :

Teneur en azote.	2 à 15 p. c.
Teneur en acide phosphorique . .	9 à 28 »
Teneur en potasse	2 à 3 »

Les prix des guanos sont loin par conséquent d'être uniformes; ils peuvent aller de 120 à 320 francs la tonne.

Traitement.

Les guanos bruts sont d'abord moulus dans des *désintégrateurs*, appareils dans lesquels la matière se trouve fouettée par deux séries doubles de bras horizontaux fixés sur des disques et tournant en sens contraires, avec une grande vitesse.

Après avoir été convenablement mélangés, les gua-

nos sont traités par de l'acide sulfurique à 60°, soit dans des malaxeurs analogues à ceux des superphosphates, soit dans de grandes cuves en maçonnerie, munies d'un large agitateur. Ils sont ensuite séchés sur une aire, puis emmagasinés. Au moment de les mettre en sacs, les guanos sont de nouveau moulus dans un désintégrateur.

PRODUCTION. — COMMERCE.

Le guano dissous est vendu avec les teneurs suivantes :

Azote	7 p. c.	soluble dans l'eau.
Acide phosphorique.	10 »	» »
Potasse.	2 »	» »

Il est parfois nécessaire d'ajouter du sulfate ammoniaque pour parfaire la teneur en azote.

La valeur du guano dissous varie de 18 à 20 francs les 100 kilogrammes. Il est livré en sacs de 100 kilogrammes pour l'intérieur et de 65 kilogrammes pour l'étranger.

La production totale moyenne est d'environ 38,000 tonnes par an, dont la presque totalité sort des établissements de la Société anglo-continentale de Burght. Les deux tiers de cette quantité sont exportés en Allemagne et en Hollande.

Guano artificiel.

Mentionnons encore le *guano artificiel*, préparé par une de nos petites usines à superphosphates. Cet

engrais, qui offre une teneur de 5 p. c. d'azote et 10 p. c. d'acide phosphorique, est fabriqué au moyen de déchets de cuir neuf, dissous par de l'acide sulfurique à 60°, dans des chaudières, sous l'action de la vapeur. La solution est refoulée dans le malaxeur à superphosphate où on la mélange avec une certaine quantité de phosphate naturel [1].

3° Phosphates basiques.

Matière première.

Dans la fabrication de l'acier par le procédé Thomas, les scories retirées des convertisseurs sont constituées par de la chaux mélangée avec une forte proportion de phosphate tricalcique. Cette matière, qui restait autrefois sans utilisation, constitue un véritable engrais chimique phosphaté employé couramment pour la fertilisation des terres.

La teneur des scories en acide phosphorique varie de 15 à 22 p. c. Cet acide ne se trouve pas sous une forme directement assimilable par la plante; il ne devient soluble que peu à peu par l'action lente de l'eau et de l'acide carbonique qui circulent dans les interstices du sol.

---

[1] Le *guano de poisson* fourni par quelques usines établies au bord de la mer est le résidu de l'extraction des huiles et graisses de certains poissons, notamment des déchets obtenus dans les usines où l'on s'occupe de conservation des harengs et de la préparation des sardines.

Préparation.

Pour faciliter son absorption par les racines, la matière doit être broyée le plus finement possible avant d'être épandue sur la terre.

Cette pulvérisation se fait toujours dans des broyeurs à boulets, appareils dont nous avons eu l'occasion de parler précédemment. Préalablement, les gros morceaux de scorie subissent un concassage à la main.

Les broyeurs sont hermétiquement fermés et les poussières qui se dégagent sont aspirées par un ventilateur à travers une conduite générale qui les amène à une chambre où elles se déposent.

Au-dessous des broyeurs, sont disposées des bascules automatiques pour le pesage des sacs; ceux-ci sont remplis au moyen d'une trémie. Certains fabricants préfèrent emmagasiner la scorie moulue en vrac, afin d'économiser de la place.

Production. — Commerce.

Il y a, en Belgique, sept aciéries qui fabriquent l'acier par le procédé Thomas; elles produisent, par an, environ 225,000 tonnes de scories brutes. De cette quantité, une faible part est expédiée telle quelle à l'étranger; le reste est traité dans le pays même et fournit environ 210,000 tonnes de phosphate basique moulu.

L'Allemagne, l'Angleterre, la France et le Luxembourg nous vendent annuellement environ 30,000

tonnes de scories brutes et de scories moulues.

La consommation du pays est de 80,000 tonnes environ, ce qui donne pour l'exportation le chiffre de 175,000 tonnes de scories, dont les trois quarts au moins s'expédient à l'état moulu.

Les principaux pays où nous exportons ce produit sont : l'Allemagne, les pays scandinaves, l'Angleterre, l'Irlande, la France, l'Italie, l'Espagne, l'Amérique du Sud.

Des sept aciéries produisant l'acier Thomas, cinq ont des installations pour la mouture des scories. Il existe, en outre, six usines qui s'occupent du broyage à forfait ou pour leur propre compte; ce sont généralement des exploitants de phosphates naturels et des fabriques de superphosphates ou de guanos.

Un personnel total d'environ 300 hommes est employé au broyage dans les onze usines. La force motrice nécessaire à cette opération est considérable : elle s'élève globalement à 2,000 chevaux-vapeur.

Les phosphates basiques se mettent généralement en sacs de 100 kilogrammes, plus rarement en sacs de 75 et de 200 kilogrammes, pour certains clients.

La scorie moulue est livrée au consommateur à différentes teneurs en acide phosphorique. La qualité la plus courante en contient de 18 à 20 p. c. Les teneurs sont contrôlées par les laboratoires agricoles de l'État.

Quant au degré de finesse, il est généralement réglé par la condition qu'une proportion de 75 p. c. du produit doit pouvoir passer à travers le tamis de $0^{mm}17$.

Le prix du superphosphate a parfois subi de fortes variations; actuellement, il est redevenu plus régulier et se maintient entre 18 et 20 centimes l'unité d'acide phosphorique.

III. — PRODUITS ACCESSOIRES.

Cuivre de cément.

MATIÈRES PREMIÈRES.

Les pyrites cuivreuses, contenant de 2 à 3 $^1/_2$ p. c. de cuivre, et même des pyrites ordinaires, ne renfermant que 0.3 à 0.4 p. c. de cuivre, sont, après grillage, traitées par voie humide, en vue d'en retirer le cuivre à l'état pulvérulent. Ce cuivre, connu sous le nom de *cuivre de cément,* est vendu aux usines de raffinage ou employé pour la fabrication du sulfate de cuivre.

FABRICATION.

Le procédé le plus simple, utilisé seulement pour les pyrites à faible teneur en cuivre, consiste à lessiver les minerais grillés avec de l'eau acidulée dans des bacs plombés, puis à précipiter le cuivre, dans les solutions cuivreuses ainsi obtenues, au moyen de vieux fer. Le cuivre se dépose sur ce dernier; on racle et on fait sécher.

Lorsqu'il s'agit des pyrites cuivreuses proprement dites, le travail est un peu plus compliqué. Les mine-

A l'usine de la Compagnie des métaux et produits chimiques d'Overpelt, l'oxyde de cuivre est obtenu au moyen d'un procédé par voie sèche.

Les matières premières traitées dans ce but sont les suivantes :

1° Des mattes cuivreuses provenant des fours à manche utilisés dans la fabrication du plomb;

2° Différents minerais de cuivre achetés (pyrites, etc.);

3° Des speiss cuivreux provenant d'un grillage préalable, fait en vue d'en retirer l'arsenic.

Ces matières sont broyées, mélangées et traitées au four à manche. On en retire (outre du plomb argentifère, des résidus arsénifères, des scories, etc.) des mattes de cuivre que l'on soumet à une série de grillages et de fusions successifs, jusqu'à ce que l'on arrive à des mattes d'une teneur de 50 p. c. de cuivre. Ces mattes subissent alors une fusion définitive au four à manche en vue d'en obtenir du sulfure pur, puis un grillage dans un four dit *de raffinage*, qui fournit l'oxyde de cuivre à 70 p. c. Celui-ci est traité par l'acide sulfurique dans des bacs où l'on fait arriver de la vapeur d'eau, servant à chauffer et à diluer la solution. La liqueur est concentrée et mise à cristalliser comme précédemment.

Le sulfate de cuivre retiré des cristallisoirs passe par plusieurs tamis, de façon à le classer en trois ou quatre qualités, suivant la grosseur des cristaux; les parties les moins propres sont lavées et séchées à la turbine.

PRODUCTION. — COMMERCE.

La production totale de sulfate de cuivre de nos cinq usines est d'au moins 2,400 tonnes par an, dont 1,800 tonnes sont exportées, surtout en France, où ce produit sert au traitement de la vigne (sulfatage). Les prix varient de 47 à 50 francs les 100 kilogrammes, suivant finesse. Le produit s'expédie soit en sacs de 50 et 100 kilogrammes, soit en fûts pétroliers de 200 à 250 kilogrammes, soit en fûts de hêtre de 300 à 350 kilogrammes.

Nitrate de cuivre.

Le nitrate de cuivre ordinaire, employé en agriculture pour la destruction des mauvaises herbes, est fabriqué en petite quantité, au printemps, par une de nos usines de produits chimiques. On l'obtient en dissolvant par l'acide nitrique, dans un appareil en grès, l'oxyde de cuivre préparé au moyen du cuivre de cément. Ce produit est livré au commerce en solution titrant 40° B.; il vaut, sous cette forme, 65 francs les 100 kilogrammes.

La fabrication du nitrate de cuivre cristallisé pour la teinture n'a pas donné des résultats commerciaux satisfaisants.

Sulfate de fer.

FABRICATION.

Le sulfate de fer se prépare généralement en faisant réagir de l'acide sulfurique à 60° B. sur des déchets

de fer. L'opération s'effectue à chaud, dans un bac doublé de plomb à double fond. La solution est soutirée, clarifiée et mise à cristalliser.

On a essayé, à Gand, d'extraire le sulfate de fer par lévigation méthodique des pyrites grillées.

Un autre procédé intéressant est également appliqué, depuis quelque temps, à Fontaine-l'Évêque. Deux usines ont été installées pour traiter les eaux résiduaires des clouteries de la région. Les eaux acidulées ayant servi au décapage des fers étaient auparavant déversées dans les égouts et les rivières, qu'elles venaient contaminer, au grand détriment des riverains. Maintenant, on en extrait le sulfate de fer.

Les eaux sont amenées aux usines soit par des canalisations, soit par des tonneaux portés sur camions, soit par des wagons-citernes. On les concentre d'abord dans des réservoirs en bois, doublés de plomb, chauffés par des serpentins de vapeur. Les solutions sont ensuite déversées dans de grands cristallisoirs où on les laisse refroidir jusqu'à cristallisation complète du sulfate de fer. Les eaux-mères retournent dans les cuves de concentration.

Le sulfate de fer retiré des cristallisoirs est classé en plusieurs catégories : les gros cristaux, le tout-venant et le menu sel.

Production. — Commerce.

Le sulfate de fer est fabriqué en Belgique par cinq usines dont la production peut être évaluée à 5,000 tonnes par an. On le prépare sous diverses

formes. Les cristaux gros et durs servent à la fabrication du colcotar par calcination. Sous un état de pureté convenable, ils sont utilisés en teinture.

Vu sa faible valeur, le sulfate de fer est très employé comme désinfectant. Ses applications en agriculture sont nombreuses et intéressantes. Déshydraté et réduit en poudre fine, il est employé pour combattre l'envahissement des prairies par les mousses. Sous forme de solution, on s'en sert pour la destruction des sanies, sénés, ravenelles, etc., dans les champs, ainsi que dans le traitement de certaines maladies de la vigne et des arbres fruitiers.

En gros, le sulfate de fer se vend de 30 à 40 francs la tonne; par moindres quantités, sa valeur est de 5 à 8 francs les 100 kilogrammes, suivant le degré de pureté.

Ce produit est presque entièrement consommé dans le pays; il s'exporte peu.

Perchlorure de fer.

Une de nos usines de produits chimiques fabrique le protochlorure de fer industriellement pur, pour la teinturerie, et chimiquement pur, pour usage pharmaceutique. Le procédé consiste à dissoudre d'abord du vieux fer dans de l'acide chlorhydrique, puis à traiter le sel obtenu par l'acide nitrique.

La production annuelle s'élève à 65,000 kilogrammes; elle est surtout vendue en Belgique; on en exporte, en petites quantités, en Allemagne, en France et en Angleterre.

Le protochlorure industriel vaut 35 francs les 100 kilogrammes et le protochlorure pharmaceutique 45 francs les 100 kilogrammes.

Composés de baryum.

Sulfure.

Il s'obtient en réduisant le sulfate de baryum, provenant de Fleurus ou d'Allemagne, dans un four à réverbère à deux étages et deux portes de travail. La masse obtenue contient 70 p. c. de sulfure de baryum soluble que l'on retire par lavage. Le sulfure de baryum sert à fabriquer les sels de baryum et la litopone, couleur blanche employée comme succédané du blanc de zinc et de la céruse.

Nitrate.

Ce sel est obtenu à Wilsele par un procédé tenu secret. La fabrication, qui est à ses débuts, ne comporte encore que 30 tonnes de production annuelle. Ce produit est expédié en fûts ou en sacs.

Le nitrate de baryum est utilisé par les artificiers; il sert également à fabriquer le bioxyde de baryum employé pour préparer l'eau oxygénée.

Carbonate, chlorure.

Ces sels sont fabriqués à l'usine de Vedrin. La production annuelle est d'environ 3,300 tonnes; les neuf dixièmes de cette quantité sont exportés dans tous les pays, principalement en Angleterre et dans ses colonies, en Amérique et en Extrême-Orient.

Le carbonate et le chlorure de baryum sont employés dans la préparation des feux d'artifice; ils servent également à désincruster les chaudières.

Fluosilicate de soude.

Fabrication.

Le fluosilicate de soude, que l'on produit en Belgique, est un sous-produit de la fabrication des superphosphates.

Les phosphates naturels contiennent du fluorure de calcium en plus ou moins grande quantité. Dans le traitement par l'acide sulfurique, il se forme de l'acide fluorhydrique qui se dégage des caves. Des exhausteurs installés au-dessus de celles-ci, aspirent ces gaz et les refoulent soit dans de longs couloirs en bois, bien étanches, soit dans des colonnes en bois ou en maçonnerie, dans lesquelles on introduit un courant d'eau. Ces tours contiennent à leur partie inférieure du silex. Cette silice, par l'action de l'acide fluorhydrique, se transforme en fluorure de silicium. Celui-ci, en se combinant avec l'acide fluorhydrique qui continue à affluer, forme l'acide fluosilicique qui est recueilli en dissolution dans l'eau. Avec certains phosphates, il se dégage directement des fours du fluorure de silicium; le résultat est le même.

La fabrication du fluosilicate de soude se fait séparément. La solution d'acide fluosilicique est transvasée d'un réservoir dans un bac dans lequel on ajoute une solution de chlorure de sodium préparée d'avance. Le

fluosilicate se précipite; mais avant qu'il ne se dépose, la masse est refoulée à l'aide d'un monte-jus dans un filtre-presse, où le fluosilicate subit un lavage à l'eau pure. Le produit est ensuite séché, puis pulvérisé.

Au lieu de chlorure de sodium, et lorsque l'on ne veut pas obtenir d'eaux acides, on emploie le carbonate de soude; mais le produit qui est moins pur, a une valeur moindre.

Production. — Commerce.

Le fluosilicate, qui est obtenu à un degré de pureté de 98 p. c., se présente en une masse d'un blanc de neige. Il est employé pour l'émaillage des ustensiles en fer et des globes pour l'éclairage.

Les deux usines qui, en Belgique, s'occupent de cette petite industrie, produisent annuellement environ 170 tonnes de fluosilicate, qui sont partiellement vendues dans le pays et partiellement exportées en Allemagne.

Ce produit s'expédie en sacs de 100 kilogrammes; sa valeur est de 25 à 26 francs les 100 kilogrammes, pour le fluosilicate le plus pur, et de 16 à 20 francs seulement, pour l'autre qualité.

Arsenic.

Matières premières.

L'anhydride arsénieux, vulgairement appelé arsenic, constitue, à proprement parler, un sous-produit de l'extraction du plomb et d'autres métaux de certains

Le traitement chimique est à peu près identique pour toutes les matières. Il consiste à provoquer la distillation de l'arsenic dans un four à réverbère, puis à condenser les vapeurs en leur faisant parcourir un long couloir pour arriver enfin à des chambres en maçonnerie d'où l'on extrait le produit par en dessous.

Lorsqu'il s'agit de speiss ou de minerais, l'arséniure subit d'abord un grillage pour se transformer en anhydride arsénieux qui distille ensuite.

Cette première opération donne l'arsenic brut; on le raffine en le soumettant à une seconde et parfois à une troisième distillation ou sublimation dans un four à réverbère ou un four à moufle suivi de chambres de condensation. On en retire le produit définitif, qui subit encore une désagrégation et un tamisage avant d'être emballé. Les vapeurs non condensées se rendent à la cheminée, après avoir effectué un long parcours; l'arsenic qui se dépose encore dans ce canal est repris et est traité à nouveau avec les poussières arsénifères.

Quant aux résidus de la distillation, ils retournent au traitement métallurgique; on en extrait le plomb, le cuivre ou les métaux précieux qu'ils renferment. Dans certains cas, on pourrait en tirer un meilleur parti en s'en servant pour la fabrication de divers sels dont la valeur est supérieure à celle des métaux.

On produit aussi l'arsenic vitreux ou en roche, en soumettant de l'arsenic brut à une distillation avec fusion dans une étroite chaudière en fonte installée dans un foyer. Directement au-dessus de cette chaudière, on place une espèce de chapiteau ou cylindre en fonte, qui sert de condenseur. C'est sur les parois

intérieures de ce cylindre que l'arsenic se dépose par couches successives jusqu'à former une croûte compacte assez épaisse, qu'on détache lorsque l'opération est terminée. C'est, en réalité, une condensation à chaud, tandis que, pour obtenir l'arsenic en poudre, on refroidit le plus tôt possible les vapeurs à leur sortie du four.

Production. — Commerce.

L'arsenic est produit en Belgique par deux usines, établies dans la province de Limbourg, près du canal de la Campine. Sa fabrication est en relation plus ou moins étroite avec le traitement métallurgique des minerais de plomb.

La quantité d'arsenic livrée annuellement au commerce par ces deux établissements est de 2,200 à 2,500 tonnes. Près des quatre cinquièmes de cette production sont exportés dans tous les pays, mais surtout en Allemagne, en Angleterre et dans le nord de la France.

Le produit se met soit dans des fûts de bois doubles ou entourés de toile, soit dans des cylindres en tôle emboîtés dans des tonneaux en bois. La contenance de ces récipients varie de 50 à 250 kilogrammes.

L'arsenic en poudre se vend de 25 à 30 francs les 100 kilogrammes; l'arsenic en roche vaut 15 francs de plus.

La principale application industrielle de l'arsenic est la purification du verre à vitres, à glaces et à gobeleterie. Ce produit entre aussi dans la fabrication

de certaines couleurs minérales et organiques. C'est, de plus, un préservatif et un insecticide; à ce titre, il est utilisé en certaine quantité, dans les pays tropicaux, pour la conservation des peaux et pour la destruction des fourmis qui infestent les terres cultivées. Nous ne parlerons pas des applications pharmaceutiques et des usages de laboratoire, pour lesquels on utilise l'arsenic vitreux, qui est évidemment le plus pur.

Arséniure de nickel et de cobalt.

Le traitement des minerais de plomb, qui fournit l'arsenic, donne aussi des sous-produits riches en nickel et cobalt, que l'on concentre et que l'on vend sous forme d'arseniures (nickelspeiss).

Ce produit, dont la valeur est de 1 franc le kilogramme, est exporté et sert à la fabrication du nickel et du cobalt.

La production est peu importante et ne s'élève qu'à 50 tonnes environ par an.

RÉPERTOIRE

Société anonyme G. Dumont et frères, à Sclaigneaux.
Acide sulfurique à 60°. Blendes grillées.

Société des produits chimiques de Moustier-Prayon, à Trooz-Forêt.
Acide sulfurique à 60°. Blendes grillées.

**Société anonyme des industries chimiques de Wilsele*, à Wilsele-lez-Louvain.
Acide sulfurique à tous degrés et de toutes qualités. Pyrites grillées.
Acide nitrique à tous degrés et de toutes qualités. Sulfate acide de soude.
Sulfate de soude et acide chlorhydrique.
Sulfate et nitrate de cuivre. Sulfure et nitrate de baryum. Perchlorure de fer.

Compagnies des métaux et produits chimiques (Schulte et Cie), à Overpelt.
Acide sulfurique à 60°. Blendes grillées.
Sulfate de cuivre.
Arsenic.

---

* Les établissements marqués d'un astérisque sont ceux qui figurent dans plusieurs groupes d'industries.

**Société anonyme des produits chimiques de Droogenbosch*, à Ruysbroeck.

Acide sulfurique à tous degrés et de toutes qualités. Blendes et pyrites grillées.
Acide nitrique à tous degrés et de toutes qualités. Sulfate acide de soude.
Sulfate de soude et acide chlorhydrique.

Société anonyme des produits chimiques d'Engis, à Engis.

Acide sulfurique à 60°. Blendes grillées.
Acide nitrique. Bisulfate de soude.
Sulfate de plomb. Sels de thallium.

Société anonyme des produits chimiques de Laeken, à Laeken-lez-Bruxelles.

Acide sulfurique à tous degrés et de toutes qualités. Blendes grillées.
Acide nitrique à tous degrés et de toutes qualités. Bisulfate de soude.
Sulfate de soude et acide chlorhydrique.
Sulfate de fer.

Société anonyme belge des usines à cuivre d'Hemixem, à Hemixem-lez-Anvers.

Acide sulfurique à tous degrés. Pyrites grillées.
Acide nitrique. Bisulfate de soude.
Cuivre de cément.

**Usines des moulins* (*société anonyme*), à Gand.

Acide sulfurique à tous degrés.
Sulfate de soude et acide chlorhydrique.

Théodore Verstraeten, à Gand.

Acide sulfurique à tous degrés. Pyrites grillées.
Acide nitrique à tous degrés. Bisulfate de soude.
Sulfate de soude et acide chlorhydrique.
Cuivre de cément. Sulfate de cuivre.

Société anonyme des poudres et dynamites, à Arendonck.

Acide nitrique à 48°. Bisulfate de soude.

Société anonyme de Matagne-la-Grande, à Matagne-la-Grande.

Acide nitrique à 36, 42 et 48°. Bisulfate de soude.

**François Raynaud*, à Tessenderloo.

Sulfate de soude et acide chlorhydrique.

**Meurice Save-Simon*, à Laeken-lez-Bruxelles.

Sulfate de fer pour teinturerie, agriculture, etc.

F. Wargny et Cie, à Fontaine-l'Évêque.

Sulfate de fer pour tous usages.

**René Dubois*, à Fontaine-l'Évêque.

Sulfate de fer tout venant et menu pour industrie et droguerie.
Sulfate déshydraté moulu pour agriculture. Sulfate de refonte pour droguerie et photographie.

Société anonyme Anglo-Continentale (anc. Ohlendorff'sche Guano Werke), à Burght-lez-Anvers.

Acide sulfurique à 60°.
Superphosphate. Guano dissous.
Fluosilicate de soude.

des produits et engrais chimiques de *mbre*, à Mornimont.

ique à tous degrés. Blendes et pyrites

ude et acide chlorhydrique.
ate.

es produits et engrais chimiques d'Au-
is.

ique à tous degrés et de toutes qua-
tes grillées.
ude et acide chlorhydrique.
ate.

(société coopérative), à Landen.

ique à tous degrés. Pyrites grillées.
e. Bisulfate de soude.
ate. Engrais composés.

verpelt.

que à 53°.
te.
e soude.

Vedrin, à Frizet-lez-Namur.

ue à tous degrés. Blendes et pyrites

e à tous degrés. Bisulfate de soude.
ude et acide chlorhydrique.
ate. Engrais composés.
chlorure de baryum.

Société anonyme des engrais et produits chimiques agricoles, à Louvain.

Acide sulfurique à 60°. Pyrites grillées.
Sulfate de fer.
Superphosphate. Engrais composés.

**Fabrique d'engrais et produits chimiques (société anonyme)*, à Charleroy.

Acide sulfurique à 60°. Pyrites grillées.
Sulfate de cuivre. Sulfate de fer.
Superphosphate. Superphosphates d'os et de noirs d'os.

Société anonyme des mines et fonderies de zinc de la Vieille-Montagne, à Baelen-Wezel.

Acide sulfurique à 60°. Blendes grillées.
Acide nitrique. Bisulfate de soude.
Superphosphate.

Société anonyme des produits chimiques d'Aiseau, à Aiseau.

Acide sulfurique à tous degrés. Blendes et pyrites grillées.
Acide nitrique à tous degrés. Bisulfate de soude.
Sulfate de soude et acide chlorhydrique.
Superphosphate.

Société anonyme de Pont-Brûlé (Établissements Duché), à Vilvorde.

Acide sulfurique à 53°. Pyrites grillées.
Acide nitrique. Bisulfate de soude.
Sulfate de soude et acide chlorhydrique.
Sulfate de cuivre.
Superphosphate.

Société anonyme des produits et engrais chimiques de Moustier-sur-Sambre, à Mornimont.

Acide sulfurique à tous degrés. Blendes et pyrites grillées.
Sulfate de soude et acide chlorhydrique.
Superphosphate.

Société anonyme des produits et engrais chimiques d'Auvelais, à Auvelais.

Acide sulfurique à tous degrés et de toutes qualités. Pyrites grillées.
Sulfate de soude et acide chlorhydrique.
Superphosphate.

Syndicat agricole (société coopérative), à Landen.

Acide sulfurique à tous degrés. Pyrites grillées.
Acide nitrique. Bisulfate de soude.
Superphosphate. Engrais composés.

Société Unitas, à Overpelt.

Acide sulfurique à 53°.
Superphosphate.
Fluosilicate de soude.

**Société anonyme de Vedrin*, à Frizet-lez-Namur.

Acide sulfurique à tous degrés. Blendes et pyrites grillées.
Acide nitrique à tous degrés. Bisulfate de soude.
Sulfate de soude et acide chlorhydrique.
Superphosphate. Engrais composés.
Carbonate et chlorure de baryum.

Jules Leirens, à Ledeberg-lez-Gand.

Acide sulfurique à 53°. Pyrites grillées.
Superphosphate. Engrais composés.

**J.-P. Meyers,* à Schaerbeek.

Acide sulfurique à 60°. Pyrites grillées.
Superphosphate.

J.-P. Meyers, à La Chaussée-Luttre.

Acide sulfurique. Pyrites grillées.
Superphosphate.

Alf. Rosier-Bataille, à Moustier-lez-Frasnes.

Acide sulfurique à 60°.
Superphosphate. Engrais composés.

**Union des produits chimiques*, à Hemixem.

Acide sulfurique à 60°. Pyrites grillées.
Superphosphate. Phosphate basique.

Société anonyme Agricola, à Louvain.

Superphosphate. Phosphate basique.

G. et J. Baert et B. Roelandt, à Steenbrugge-lez-Bruges.

Superphosphate. Guano dissous.
Engrais composés. Phosphate basique.

Oct. Battaille, à Basècles.

Superphosphate. Engrais composés.

Brouette, Duchateau et Cie, à Mons.

Superphosphate. Engrais composés.

A. Dubrunfaut et Cie, à Basècles.
Superphosphate. Engrais composés.

Ach. Eeman, à Alost.
Superphosphate. Engrais composés.

**Société anonyme des Engrais concentrés*, à Engis.
Superphosphate.

Fabrique d'engrais et produits chimiques (société anonyme), à Leuze-Longchamps.
Superphosphate.

A. et C. Faidherbe et Cie, à Élouges.
Superphosphate. Engrais chimiques. Phosphate organique.

Georges Milisse, à Blaton.
Superphosphate. Engrais composés.

Vve Milisse, à Quévaucamps.
Superphosphate. Engrais composés.

G. et V. Moreels, à Gand.
Superphosphate. Guano dissous. Phosphate basique.

Standaert et Cie, à Balgerhoek.
Superphosphate. Engrais composés.

Standaert et Cie, à Wondelgem.
Superphosphate. Guano dissous. Phosphate basique.

Syndicat agricole des Ardennes et du Condroz, à Marloie.
Superphosphate. Engrais composés.

Union agricole, à Jodoigne.
Superphosphate. Engrais composés.

**Compagnie générale des produits chimiques et engrais chimiques de la Sambre*, à Jemeppe-sur-Sambre.
Superphosphate.

Les Phosphates du Piéton, à Roux.
Phosphate basique.

**Société anonyme d'Ougrée-Marihaye*, à Ougrée.
Phosphate basique.

Société anonyme des aciéries d'Angleur, à Tilleur (Liége).
Phosphate basique.

Société anonyme de la Providence, à Marchienne-au-Pont.
Phosphate basique.

Gustave Boël, à La Louvière.
Phosphate basique.

Société anonyme de Marcinelle et Couillet, à Couillet.
Phosphate basique.

La Floridienne, à Rocour.
Phosphate basique.

DEUXIÈME PARTIE

INDUSTRIES DE LA SOUDE, DES CHLORURES ET DES SELS DE POTASSE.

Renseignements généraux.

Dans le second groupe nous rangeons les produits suivants :

I. Carbonate de soude et sous-produits;

II. Chlorure de chaux. Soude caustique;

III. Cristaux de soude. Acide sulfureux et bisulfites. Composés divers;

IV. Potasse. Salpêtre. Sel raffiné.

La plupart de ces produits ont entre eux des liens de parenté assez étroits. Ainsi, le carbonate de soude, la soude caustique et le chlorure de chaux, qui ne sont pas les moins importants, ont une origine commune. Ils sont maintenant obtenus au moyen du chlorure de sodium, grâce à deux nouveaux procédés par voie humide dont l'application industrielle est

relativement récente : le procédé Solvay ou à l'ammoniaque et la méthode électrolytique. Le carbonate de soude, dont le rôle dans l'industrie est au moins aussi important que celui de l'acide sulfurique, est le point de départ d'une série d'autres composés d'ordre secondaire, comme les sels de soude, le bisulfite de soude, l'hypochlorite de soude, le sulfure de sodium.

Le carbonate de potasse et la potasse caustique trouvent logiquement leur place à côté de la soude et de ses dérivés. Nous avons rangé dans le même groupe le nitrate de potasse et le sel raffiné à cause de la similitude que l'on note dans les opérations que nécessite leur fabrication; celle-ci comporte en effet une série de dissolutions, concentrations, évaporations et cristallisations.

On remarquera, d'ailleurs, que beaucoup des composés qui font partie de ce second groupe offrent certaines analogies dans leurs applications, soit qu'on fasse appel à leur énergie oxydante, soit qu'on utilise leurs propriétés alcalines. Ces corps sont surtout employés comme agents de désinfection, de décoloration, de blanchiment ou de saponification.

Les établissements dont nous allons nous occuper peuvent être classés presque tous dans la petite industrie chimique. Exception doit être faite pour les deux usines de la Société Solvay, fabriquant l'une, le carbonate de soude par le procédé à l'ammoniaque, l'autre, la soude caustique et le chlorure de chaux par la méthode électrolytique. A elles seules, ces deux usines occupent 520 ouvriers et utilisent une puissance motrice de 2,000 chevaux-vapeur.

Parmi les autres établissements, on en compte 54 qui se livrent exclusivement à la fabrication des produits ci-avant indiqués. Le chiffre du personnel qu'ils emploient respectivement ne dépasse pas 50 ouvriers. La force motrice dont ils disposent est au maximum de 50 chevaux. Toutefois, la surface de chauffe des générateurs qu'ils utilisent est souvent de beaucoup supérieure à celle correspondant à cette puissance mécanique, car le chauffage des solutions se fait presque toujours au moyen de la vapeur.

Il y a, en outre, 30 usines dans lesquelles les produits en question ne sont fabriqués qu'accessoirement, conjointement avec d'autres composés ou même simplement obtenus comme sous-produits d'une autre branche principale d'industrie. C'est ainsi qu'à part trois fabriques de produits chimiques proprement dites, nous trouvons ici un certain nombre d'industries de genres fort divers : distilleries, brasseries, amidonneries, filatures de laine, poudreries, etc.

Nous résumerons comme suit les données générales relatives à ce groupe :

Nombre total d'établissements	86
Nombre total d'ouvriers employés.	1,167
Force motrice totale en chevaux-vapeur . . .	2,541

Le genre d'opérations exécutées se prête peu ici à l'organisation du travail à la pièce; aussi, presque partout, le paiement se fait-il à la journée ou à l'heure. Le salaire varie de 2 à 3 francs, suivant les régions.

Les deux usines principales sont situées dans le

bassin industriel de la Sambre, à Couillet et à Jemeppe-sur-Sambre. Les autres se trouvent généralement dans les grands centres de consommation, tels que Bruxelles, Anvers, Liége, Gand, Louvain, etc., ou à proximité des bassins industriels.

— —

I. — CARBONATE DE SOUDE ET SOUS-PRODUITS.

Aperçu général de la fabrication.

Si l'on en excepte de faibles quantités de carbonate de soude obtenues comme sous-produits du raffinage de la potasse et de la fabrication de l'alumine — carbonate qui est d'ailleurs livré au commerce directement sous forme de cristaux —, la totalité de la soude produite en Belgique est fabriquée suivant le procédé Solvay (soude à l'ammoniaque). L'ancienne méthode Leblanc, par voie sèche, qui exigeait d'abord la transformation du chlorure de sodium en sulfate, est complètement abandonnée depuis un certain nombre d'années déjà.

Le principe de la fabrication de la soude à l'ammoniaque repose sur la double décomposition du chlorure de sodium et du bicarbonate d'ammoniaque, de façon à obtenir, d'une part, du chlorhydrate d'ammoniaque, et, d'autre part, du bicarbonate de soude; celui-ci est ensuite transformé en carbonate neutre par calcination.

C'est à M. Ernest Solvay que l'on doit l'invention

des appareils qui ont permis de réaliser pratiquement et économiquement cette réaction fondamentale. Aussi, ses procédés, expérimentés avec succès en Belgique, à la suite de nombreux et patients essais, n'ont-ils pas tardé à être appliqués sur une vaste échelle dans tous les autres pays industriels. D'importants établissements, destinés à l'exploitation de ses brevets, ont été fondés dans les principales contrées de l'Europe et de l'Amérique, suivant de près la première usine créée à Couillet pour la fabrication de la soude à l'ammoniaque [1].

Dans la pratique, au lieu de préparer au préalable le bicarbonate d'ammoniaque, on le produit en faisant arriver un courant d'acide carbonique dans une solution de chlorure de sodium contenant de l'ammoniaque : le bicarbonate d'ammoniaque, dès qu'il se forme, est aussitôt décomposé par le chlorure de sodium, et le bicarbonate de soude qui en résulte se précipite. Ce sel est filtré, lavé, calciné et l'on obtient le carbonate de soude commercial.

Outre les opérations précédentes, la fabrication comporte aussi la production d'une certaine quantité d'acide carbonique que l'on obtient par la calcination du carbonate de calcium ou calcaire.

Comme opération complémentaire, il y a la récupération de l'ammoniaque contenue dans les eaux-mères

---

[1] En 1905, sur une production totale de 1,760,000 tonnes de carbonate de soude dans le monde entier, 1,610,000 tonnes ont été obtenues par les procédés dits à l'ammoniaque.

séparées du précipité de bicarbonate de soude. Les eaux-mères sont, dans ce but, traitées par de la chaux; l'ammoniaque se dégage du chlorhydrate et celui-ci forme du chlorure de calcium qui reste en solution; c'est un sous-produit de la fabrication.

Nous exposons ci-après, d'une façon succincte, la façon dont ces diverses opérations sont réalisées, en y joignant une description sommaire des appareils utilisés à cet effet. Ces renseignements ont été puisés dans le récent ouvrage de chimie industrielle publié par M. Sorel [1].

Matières premières.

D'après ce que nous venons de voir, les matières premières nécessaires à la fabrication sont, indépendamment du combustible, au nombre de trois : le *sel marin*, les *eaux ammoniacales*, le *calcaire*.

Sel marin. — Le chlorure de sodium servant à préparer la saumure est le sel gemme provenant des exploitations que la Société Solvay possède à Varangéville (France) et qui est amené à l'usine à l'état brut.

Eaux ammoniacales. — Ces eaux sont fournies par la distillation de la houille dans les usines à gaz ou dans les fours à récupération. Afin de s'assurer un approvisionnement suffisant de ces eaux ammoniacales, la Société Solvay a installé, dans un certain nombre de

---

[1] *La grande industrie chimique minérale.*

charbonnages du pays, des fours à coke d'un système spécial (Semet-Solvay) permettant de recueillir tous les sous-produits de la distillation. Quelle que soit leur origine, les eaux ammoniacales sont, avant leur envoi à la fabrique de soude, concentrées jusqu'à une densité convenable, au moyen d'appareils sur lesquels nous reviendrons à un autre endroit (1). Dans certaines usines à gaz, cette concentration se fait par les soins de la Société Solvay elle-même, qui y a monté les installations nécessaires à cet effet.

Calcaire. — Le carbonate de calcium, dont la calcination fournit, d'une part, l'acide carbonique utilisé pour la carbonatation et, d'autre part, la chaux employée pour le traitement des eaux-mères, est extrait d'une carrière située à proximité de l'établissement et appartenant à la société.

Opérations.

Préparation de la saumure ammoniacale.

La saumure ammoniacale est obtenue en dissolvant le sel marin dans les eaux ammoniacales convenablement concentrées. Les eaux salées sont également chargées de gaz ammoniac provenant des appareils de régénération des eaux-mères; celles-ci, soit dit en passant, fournissent aussi une notable quantité d'acide carbonique, ainsi que nous le verrons plus loin.

---

(1) Voir Troisième Partie : *Produits extraits de la houille et du bois.*

Le mélange de chlorure de sodium et d'ammoniaque doit se faire dans des proportions rigoureusement déterminées. Comme la dissolution du gaz ammoniac dans l'eau dégage beaucoup de chaleur, la saumure doit être refroidie jusqu'en dessous de 20°, afin de pouvoir obtenir une carbonatation complète.

Pour effectuer ce refroidissement, on employait une batterie de tubes concentriques fonctionnant comme un réfrigérant de Liebig. Les tubes intérieurs, dans lesquels circule de l'eau pure, communiquent par des coudes extérieurs, tandis que la saumure, qui coule dans les intervalles annulaires des tubes, passe d'un compartiment à l'autre par des tubulures latérales.

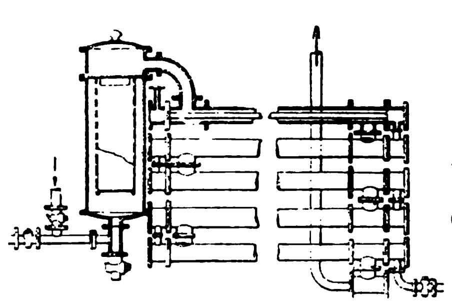


Fig. 16. — Appareil pour la dissolution du sel dans la saumure ammoniacale.

Il paraît que, dans les appareils récents, on a renoncé à cette complication et qu'on emploie seulement des réfrigérants sans tubes intérieurs, consistant en un système de vingt séries horizontales de neuf tubes, dans lesquels la saumure ammoniacale s'élève de bas en haut, tandis que l'eau froide coule de haut en bas à la surface extérieure.

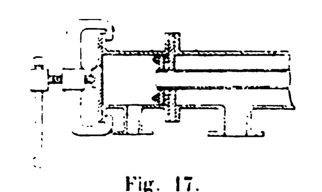


Fig. 17.
Elément d'un réfrigérant Solvay.

Production de l'acide carbonique.

Une partie de l'acide carbonique nécessaire à la carbonatation de la saumure est fournie par la calcination du bicarbonate de soude; une autre provient de la décomposition du bicarbonate d'ammoniaque qui reste encore dans les eaux-mères et qui est décomposé lors du traitement par la chaux. Ces quantités n'étant pas suffisantes, on doit avoir recours à la calcination du carbonate de calcium; cette opération procure en même temps la chaux nécessaire à la régénération de l'ammoniaque des eaux-mères.

On emploie des fours à cuve ordinaires chargés de couches alternatives de calcaire et de coke. Le calcaire doit être très pur, afin de donner un gaz riche, contenant jusque 30 p. c. d'acide carbonique. La consommation de calcaire est en moyenne de 150 kilogrammes par 100 kilogrammes de soude produite.

Les fours ont une hauteur de 10 à 12 mètres et une section au ventre de 2 à 3 mètres. Le gueulard est hermétiquement fermé par un couvercle à soupape de sable et les gaz sont captés par un canal annulaire qui les conduit, par un tuyau en fonte, jusqu'aux appareils de lavage. Avant d'être utilisés, ils y sont refroidis et débarrassés des impuretés entraînées mécaniquement, ainsi que de l'acide sulfureux provenant de la combustion du coke.

Carbonatation de la saumure ammoniacale.

La carbonatation doit être complète, afin d'éviter d'avoir un précipité boueux d'une filtration difficile. En vue d'obtenir un contact plus intime entre le gaz et la solution, on fait arriver l'acide carbonique sous une assez forte pression. Comme il y a un dégagement considérable de chaleur pendant la réaction, une réfrigération énergique est indispensable.

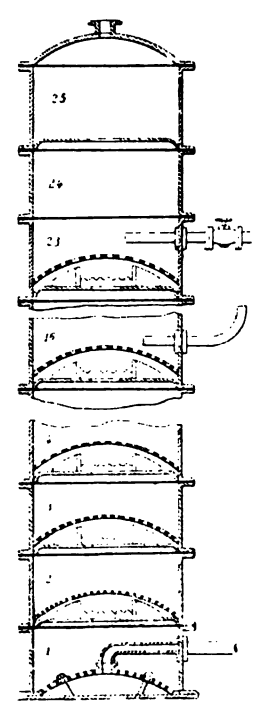


Fig. 18.
Tour d'absorption Solvay.

Le dispositif adopté à cet effet consiste dans une tour d'absorption verticale formée de vingt à vingt-cinq tronçons en fonte de 1 mètre de hauteur et de 1m50 à 2 mètres de diamètre.

Chaque tronçon a un fond horizontal percé d'une ouverture centrale. Au-dessus repose une calotte sphérique en fonte perforée et munie d'une bordure dentelée qui s'appuie sur trois saillies verticales. Cette calotte laisse un intervalle annulaire étroit par lequel se fait la circulation du liquide.

L'introduction de la saumure a lieu au seizième compartiment en vue d'augmenter la durée du contact et la pression. Une autre partie de la saumure, celle-ci non alcalinisée, pénètre à

3 mètres de la partie supérieure. Cette couche de saumure sert à retenir l'ammoniaque entraînée et à lui permettre de se carbonater.

L'acide carbonique, comprimé à $1\,^1/_2$ à $2\,^1/_2$ atmosphères de pression, est amené dans un faux fond perforé ; en le traversant, il se répartit en bulles fines qui s'élèvent au sein du liquide, pour se diviser à nouveau à chaque compartiment.

Pour obtenir une réfrigération suffisamment énergique, on a recours au refroidissement intérieur d'après le procédé Cogswell. Ce système consiste en un ensemble de tubes à circulation d'eau qui traversent chaque étage de la tour d'absorption. Chacun des compartiments de l'absorbeur est pourvu, en haut, d'ouvertures rectangulaires closes par des plaques tubulaires dans lesquelles s'engagent des tubes en fer. Ces plaques tubulaires forment le fond de boîtes en fonte divisées par des chicanes, de façon que l'ensemble des tubes de chaque étage forme un serpentin horizontal dans lequel circule un courant d'eau.

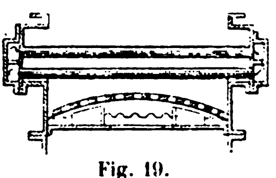


Fig. 19.
Réfrigérant Cogswell.

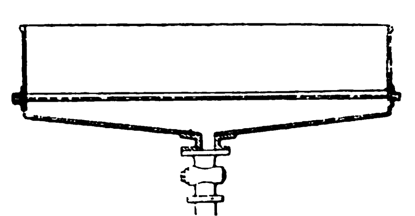
La circulation d'eau est réglée de façon que la partie supérieure de la tour soit froide et que le liquide chargé de cristaux en bas n'acquière pas une température dépassant 23° C.

On peut combiner l'emploi de deux tours, une grande et une petite. Celle-ci reçoit la saumure ammoniacale refroidie et l'ammoniaque y est trans-

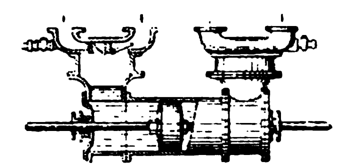
formée en monocarbonate par les gaz du four à chaux; puis cette saumure carbonatée pénètre dans la tour principale aux trois quarts de sa hauteur et elle y reçoit des gaz riches provenant de la calcination de bicarbonate de soude; c'est là que la précipitation se produit.

Filtration et lavage du précipité.

La bouillie cristalline formée dans la tour d'absorption coule d'une façon continue sur un filtre à vide.


Fig. 20. — Schéma d'un filtre à vide.

Cet appareil consiste en principe en un cylindre en fonte de 3 mètres de diamètre et 1m50 de hauteur, dans lequel une grille porte une toile assez serrée, en lin ou en laine, protégée contre le frottement des outlis par un treillage métallique ou une tôle perforée. Au-dessous de la grille, le cylindre est raccordé par une calotte conique avec le tuyau d'évacuation; ce tuyau met le dessous du filtre en communication avec un réservoir cylindrique en tôle dans lequel on fait le vide. Dans ces conditions, l'eau-mère est très rapidement aspirée; on arrose ensuite le sel avec de l'eau un peu tiède aussi uniformément que


Fig. 21. — Pompes à vide à piston d'eau.

possible, jusqu'à ce que le dépôt ne sente plus l'ammoniaque.

On fait usage de pompes à vide à piston d'eau qui retiennent par dissolution les vapeurs ammoniacales dégagées et suppriment les inconvénients des espaces nuisibles.

Dessiccation et calcination du bicarbonate de soude.

Une faible partie du bicarbonate de soude obtenu est versée sous cette forme dans le commerce. La plus grande partie subit la transformation en carbonate neutre, ou bien sert à la fabrication de cristaux ou de soude caustique.

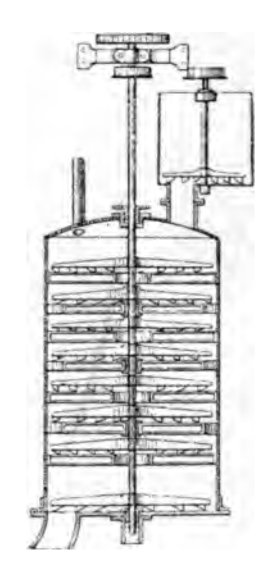


Fig. 22. — Appareil Solvay pour la fabrication du bicarbonate.

L'appareil suivant, breveté par la Société Solvay, est employé pour la dessiccation préalable du bicarbonate. Son fonctionnement rappelle celui du four rotatif pour le grillage des pyrites, dont nous avons parlé précédemment.

Dans un cylindre vertical se trouve disposée une série de plateaux creux chauffés intérieurement par un courant de vapeur ou de gaz chauds, et alternativement percés de trous de chute dans l'axe et à la périphérie. Ce cylindre est traversé par un axe vertical muni à chaque étage de plusieurs bras portant des socs à leur

partie inférieure. Ces socs sont disposés de façon à repousser dans leur mouvement de rotation la matière alternativement vers le centre ou la périphérie, suivant la position des ouvertures.

Le bicarbonate est introduit dans le haut du cylindre par un vase préparatoire muni de bras analogues et maintenu constamment plein afin d'empêcher l'échappement de l'acide carbonique. La masse desséchée arrive au fond du cylindre à l'état finement divisé et est prête pour l'expédition, tandis que les gaz dégagés s'échappent par un orifice ménagé dans le couvercle.

S'il s'agit de la transformation en carbonate neutre, on sèche le bicarbonate et on élimine l'acide carbonique, en chauffant le sel dans un cylindre Thelen.

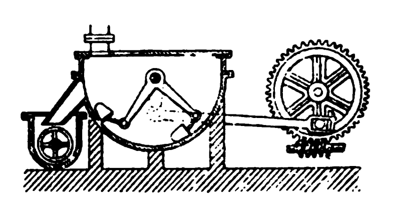


Fig. 23. — Appareil Thelen pour la calcination du carbonate de soude.

Pour obtenir un sel d'une densité plus considérable, on termine l'opération en le portant au rouge dans un four Mactear.

Les appareils de Thelen ont été combinés en vue d'éviter que le sel de soude adhère aux surfaces métalliques. Ils ont le plus souvent 2 mètres à 2m50 de diamètre et jusque 10 mètres de longueur. Ils sont formés de plusieurs tronçons de fonte et sont couverts à la partie supérieure. Ils sont généralement chauffés par un foyer installé à l'extrémité opposée à l'entrée du bicarbonate et par les gaz chauds du

foyer. L'axe est animé d'un mouvement alternatif, qui empêche les incrustations et entraîne lentement la matière vers le foyer.

Le four Mactear, dans lequel on pousse plus loin la calcination, comprend une sole circulaire en tôle, de 6 mètres de diamètre, recouverte d'un dallage en briques réfractaires. Cette sole est supportée par un

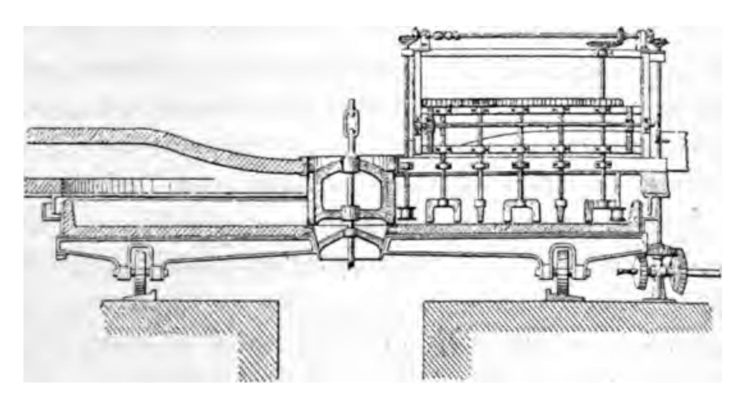


Fig. 24. — Four Mactear pour la calcination du carbonate de soude.

chariot en fonte courant sur un rail circulaire. La sole est munie d'un rebord de 50 centimètres de hauteur; elle est recouverte d'une voûte reposant sur des segments de cercle en fonte soutenus par des piliers également en fonte. Le chauffage est assuré par deux foyers contigus ou un gazogène; l'échappement se fait par le point diamétralement opposé au foyer.

Le chargement du sel s'effectue par une ou plusieurs trémies automatiques. Le déchargement a lieu par une ouverture conique au centre de la sole.

Pendant la rotation lente de celle-ci, la masse saline est constamment brassée par une série de fourches montées en ligne sur des axes verticaux. Pour vider le four, on opère à la main ou en se servant d'un certain nombre de racloirs commandés par une chaîne sans fin.

Récupération de l'ammoniaque.

La récupération de l'ammoniaque des eaux-mères est un point important. Cette ammoniaque est représentée pour un tiers par du bicarbonate et pour deux tiers par du chlorhydrate d'ammoniaque.

Pour régénérer l'ammoniaque, la méthode rationnelle consiste d'abord à chauffer les eaux à 55 ou 60°, pour dégager l'acide carbonique du bicarbonate; cette opération se fait dans un petit appareil à distiller chauffé par un peu de vapeur. Dans un second distillateur, où l'on porte la température à 100°, on achève de chasser le restant d'acide carbonique qui entraîne un peu d'ammoniaque. Finalement, on traite l'eau-mère par la chaux.

C'est une opération délicate, car il faut mettre assez de chaux pour décomposer tout le chlorhydrate, tout en évitant un excès qui, en se déposant, occasionnerait des obstructions. On emploie de la chaux bien éteinte sous forme de lait ou de pâte très homogène et exempte de grains. A cet effet, on fait circuler le lait de chaux, avant de s'en servir, dans plusieurs bacs de décantation, pour lui permettre d'abandonner toutes les parties sableuses, les incuits et les surcuits.

Dans l'appareil à régénération, comme le liquide se trouve déjà à 100°, il se produit un fort dégagement de chaleur; on introduit la chaux dans un compartiment très élevé, afin d'éviter tout entraînement de mousses.

Nous avons dit que l'eau-mère contient encore un tiers d'ammoniaque sous forme de bicarbonate; cela revient à dire que le tiers du chlorure de sodium de la saumure est resté indécomposé. La réaction ne peut pas, en effet, être poussée complètement jusqu'au bout et, pratiquement, l'on n'arrive à transformer en bicarbonate de soude que les deux tiers du chlorure de sodium employé.

L'ammoniaque expulsée des eaux-mères est, comme nous l'avons dit en commençant, introduite dans la saumure fraîche.

Utilisation des eaux-mères.

Les eaux contiennent encore du chlorure de calcium et du chlorure de sodium en solution. Ces deux sels peuvent être extraits et obtenus séparément par cristallisation et évaporation.

Comme les débouchés du chlorure de calcium sont assez restreints, on a cherché une utilisation plus avantageuse de sa solution. En décomposant celle-ci par l'électrolyse, on pourrait obtenir directement du chlorure de chaux. Ce procédé, qui permettrait de retirer du sel marin employé comme matière première, non seulement le sodium à l'état de carbonate de soude, mais encore le chlore sous une forme émi-

nemment industrielle, a fait l'objet de plusieurs brevets, pris par la Société Solvay; aucun de ceux-ci, toutefois, n'a encore reçu d'application pratique.

M. Solvay a également proposé d'utiliser les eaux-mères pour l'enrichissement des craies phosphatées. Celles-ci seraient, après broyage, lavées puis séchées et calcinées; l'on obtient ainsi des phosphates mélangés de chaux caustique. En traitant méthodiquement les eaux-mères par ces produits calcinés, sous l'action d'un courant de vapeur, on peut dégager l'ammoniaque et obtenir comme résidu des phosphates riches.

Production. — Commerce.

La production de carbonate de soude par le procédé Solvay a atteint, en 1903, le chiffre de 30,000 tonnes. Cette quantité est presque exclusivement consommée en Belgique, les autres pays étant desservis par les usines que la Société Solvay a fondées à l'étranger.

Le carbonate produit présente en moyenne une teneur de 98 p. c.

Sa valeur varie de 10 à 11 francs les 100 kilogrammes.

Les industries qui emploient le carbonate de soude, soit comme matière première, soit comme réactif, soit comme dissolvant, etc., sont excessivement nombreuses.

En premier lieu, le carbonate de soude sert à préparer les cristaux de soude employés dans l'économie domestique. Avec le carbonate de soude on fabrique

également de la soude caustique. Mais les applications les plus nombreuses du carbonate de soude sont d'abord celles qui ont pour but d'introduire la base soude dans le produit à obtenir, c'est-à-dire de fabriquer différents composés de sodium; puis celles dans lesquelles on utilise la soude comme intermédiaire en mettant à profit ses propriétés dissolvantes ou réagissantes pour éliminer certaines matières dans le courant d'une fabrication.

Parmi les industries qui emploient la soude comme matière première proprement dite, citons : la verrerie (fabrication de verres fins pour lesquels le sulfate de soude ne peut pas être utilisé), l'émaillage de la faïence, de la porcelaine, des vitraux, la fabrication du bleu d'outremer, etc. Dans ces fabrications, la soude est introduite par voie sèche.

On obtient aussi toute une série de sels de sodium à l'aide de procédés par voie humide, soit par saturation d'un acide, soit par double décomposition; mentionnons entr'autres les composés suivants, qui se fabriquent en Belgique : fluorure, hypochlorite, bisulfite, phosphate, borate, silicate, fluosilicate, sulfocyanure, acétate, etc.

La soude est utilisée comme corps dissolvant, quelquefois par voie sèche, mais plus généralement par voie humide, entre autres dans la fabrication du papier et de l'amidon, le lavage des laines, le travail du caoutchouc, l'épuration des huiles végétales, etc. Elle intervient, comme corps réagissant ou neutralisant d'un acide intermédiaire, dans la fabrication de la dextrine, de la glucose, de l'éther, de la nitrocel-

lulose, de la soie artificielle, dans la purification de l'alcool, des pétroles, des benzols, la distillation des eaux ammoniacales, etc.

Le bicarbonate est employé comme levure; il sert aussi à la fabrication des savons en poudre, des boissons gazeuses, etc.

Quant au chlorure de calcium, il est livré sous forme solide. A cause de son avidité pour l'eau, il est employé pour dessécher l'air et les gaz (assèchement des locaux humides). Il sert également à empêcher la congélation de l'eau; il est utilisé, à cause de cette propriété, dans les machines frigorifiques et dans le procédé Poetsch pour le foncement des puits de mine dans les sables boulants.

II. — CHLORURE DE CHAUX. — SOUDE CAUSTIQUE.

1° Chlorure de chaux.

PROCÉDÉS DE FABRICATION.

On ne produit pas en Belgique le chlore pour le livrer à l'état libre en dissolution dans l'eau, mais exclusivement pour la fabrication du chlorure de chaux. Ce dernier corps, dont les propriétés oxydantes et décolorantes sont bien connues, se présente sous une forme beaucoup plus commode pour le transport et pour les applications industrielles.

L'ancien procédé de fabrication au moyen du per-

oxyde de manganèse est complètement abandonné comme trop coûteux. Le chlorure de chaux est obtenu dans notre industrie par les deux méthodes suivantes :

1° Par la décomposition électrolytique du chlorure de sodium, pratiquée par la Société Solvay;



Fig. 25. — Salle des électrolyseurs (procédé Solvay).

2° Par le procédé Deacon, dans lequel on utilise l'acide chlorhydrique produit dans les fours à sulfate de soude; ce procédé est appliqué par la fabrique de produits chimiques de Droogenbosch.

Le premier mode de fabrication tend à prendre

chaque jour plus d'importance. Son développement serait encore plus rapide s'il n'y avait pas à tenir compte de ce fait qu'il fournit, parallèlement au chlore, de la soude caustique, dont les applications ne sont pas fort nombreuses et dont l'écoulement commercial se trouve, par conséquent, assez limité.

Chacune des deux méthodes comporte deux opérations fondamentales : la production du chlore, la chloruration de la chaux.

Les matières premières essentielles mises en œuvre sont, comme pour la fabrication de la soude : le chlorure de sodium brut, l'acide sulfurique, le calcaire servant à préparer la chaux.

a) Méthode électrolytique.

Production du chlore.

Principe. — Le principe de la méthode électrolytique consiste à décomposer une solution de chlorure de sodium par un courant électrique. Les deux éléments du sel se séparent. Le chlore se dirige vers l'anode, où il est recueilli à l'état gazeux; le sodium se rend à la cathode et, réagissant avec l'eau, se transforme en soude caustique, tandis que l'hydrogène mis en liberté se dégage.

Mais, par suite des courants liquides qui s'établissent dans le bain, le chlore vient en contact avec l'alcali et il se forme de l'hypochlorite de soude. Pour recueillir le chlore séparément, il faut donc avoir recours à un dispositif approprié. Le moyen

employé dans le procédé Solvay consiste dans l'emploi d'une cathode en mercure : ce dernier absorbe à l'é... naissant le métal alcalin à mesure qu'il se forme ... l'électrolyse, de telle sorte que le chlore peut sor... librement. Il va de soi qu'il faut ensuite décompos... l'amalgame formé, pour en dégager le sodium et ré... nérer le mercure, qui peut servir indéfiniment.

Appareil. — Nous donnons, d'après M. V. Ho... ning (1), une description sommaire des disposit...

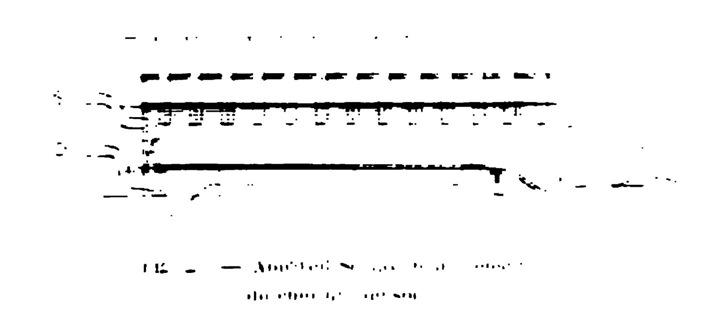


Fig. ... — Appareil ...

imaginés par la Société Solvay pour réaliser l'o... ration.

L'électrolyseur, dont on fait usage, est agencé ... telle manière que l'amalgame qui se forme à la s... face du mercure et qui, en vertu de sa plus faible d... sité, se maintient toujours à la partie supérieure, ... enlevé au fur et à mesure de sa formation ...

---

(1) *Traité ...*
L. Gauthier

game s'écoule d'une façon continue à l'une des extrémités par un trop-plein disposé un peu en dessous du niveau du mercure (à gauche sur le dessin). Il se rend ensuite par le tube ascendant D dans l'appareil à décomposition, où se forme la soude caustique, avec dégagement d'hydrogène. La rentrée du mercure régénéré a lieu en B, à l'autre extrémité.

Au-dessus du mercure, se trouve le bain de chlorure de sodium dans lequel plongent les anodes en charbon. La circulation de ce liquide est continue comme

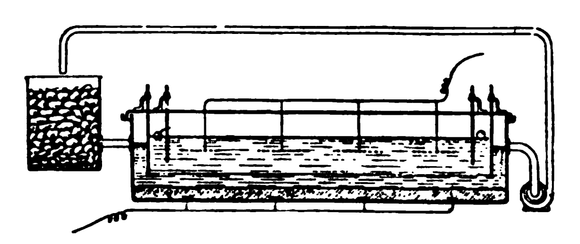


Fig 27. — Appareil Solvay avec dispositif pour la circulation continue des liquides

celle du mercure, grâce aux tuyaux d'entrée et de sortie S et S_1. Le chlore gazeux se dégage par un tube placé à la partie supérieure.

La Société Solvay possède également un dispositif ayant pour but d'empêcher la régénération du chlorure de sodium, qui tend à se réaliser aux dépens du sodium mis en liberté à la cathode et du chlore dont il reste toujours une certaine partie en dissolution dans la saumure. Ce résultat est obtenu en séparant le liquide anodique (solution saline) de la cathode (mercure) par une solution plus concentrée de chlorure de

sodium, empêchant le chlore d'arriver au contact du sodium. Il y a donc, immédiatement au-dessus du mercure, une couche de liquide saturée de sel; par-dessus, se trouve une couche plus pauvre dans laquelle plongent les anodes et où le chlore gazeux se dégage. Ces deux couches restent toujours distinctes; mais il faut constamment enrichir les deux solutions, afin qu'elles se maintiennent invariablement aux mêmes degrés de concentration. Dans ce but on fait écouler les deux liquides continuellement, mais séparément,

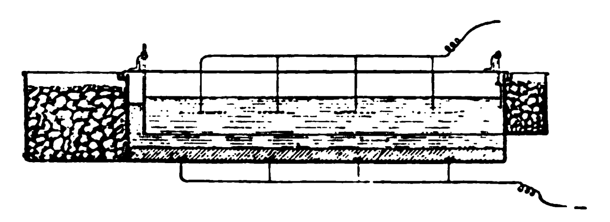


Fig. 28. — Appareil Solvay: autre disposition.

à une des extrémités de l'appareil. Après enrichissement par un passage à travers un réservoir rempli de sel, on les fait rentrer à l'autre extrémité au moyen d'une pompe.

Pour empêcher les deux solutions de se mélanger, des cloisons protectrices, plongeant à des niveaux différents, sont établies de chaque côté.

La Société Solvay a imaginé une autre disposition plus simple, qui permet de réaliser le même effet sans avoir recours à la circulation des solutions salines. Celles-ci s'enrichissent d'une façon constante et uniforme par diffusion; elles communiquent avec des

réservoirs remplis de sel placés à des hauteurs différentes et dont la capacité est calculée de façon à maintenir les deux solutions toujours aux mêmes degrés de concentration.

Il est clair que ces dispositifs doivent être combinés avec la circulation continue du mercure, expliquée précédemment, afin d'avoir un fonctionnement normal de l'appareil.

Chloruration de la chaux.

Pour obtenir le chlorure de chaux, il suffit de faire agir le chlore gazeux sur de la chaux éteinte.

Cette opération s'effectue dans des chambres assez grandes, qui sont généralement en plomb, rappelant les chambres à acide sulfurique. Elles ont 20 à 30 mètres de long sur 10 de large et au moins 2 mètres de haut. L'intérieur est peint fortement au minium; le fond reçoit un enduit d'asphalte. On y étend une couche de chaux de 20 centimètres. Le chlore est introduit à la partie supérieure par un ajutage tubulaire avec fermeture hydraulique. Les chambres sont munies de portes en fer ou en bois garni et de regards pour examiner l'allure de la réaction.

Le travail se fait d'une façon continue; trois ou quatre chambres sont en communication par le haut; l'une est en vidange pendant que les autres sont en fonctionnement. Le chlore est introduit lentement et passe d'une chambre à l'autre en expulsant l'air devant lui.

Bien que la chaux absorbe facilement le chlore, on

s'efforce d'éviter tout dégagement dans l'atmosphère de gaz en excès au moyen d'une distribution mécanique de chaux en poudre dans les chambres.

On doit pour la chloruration faire usage de chaux très pure, bien cuite, éteinte lentement et complètement, puis tamisée.

On admet en moyenne un rendement de 9 kilogrammes de chlorure de chaux par mètre carré de chambre.

b) Procédé Deacon.

Production du chlore.

Le principe du procédé Deacon consiste à faire passer un mélange d'air chaud et de gaz chlorhydrique sur des corps poreux imprégnés d'un sel de cuivre, tel que le sulfate ou le chlorure cuivrique. En vertu de certaines réactions inverses, ces sels abandonnent du chlore, mais se reforment constamment.

Voici, d'après Sorel, comment les opérations se réalisent dans l'industrie :

Les gaz chlorhydriques, provenant des fours à fabrication du sulfate de soude, sont d'abord refroidis dans une longue conduite de réfrigération où l'on introduit une quantité convenable d'air ; ce refroidissement a pour but de débarrasser les gaz de la majeure partie de la vapeur d'eau, afin d'obtenir une réaction plus complète sur le sel de cuivre.

Les gaz sont amenés ensuite au *surchauffeur*, appareil formé de deux séries de douze tuyaux disposés en arcade sur deux couples de conduites horizontales parallèles. L'ensemble est renfermé dans une chambre en maçonnerie chauffée par un foyer latéral. Le mélange gazeux, en circulant dans ces tuyaux, est porté à une température de 450°.

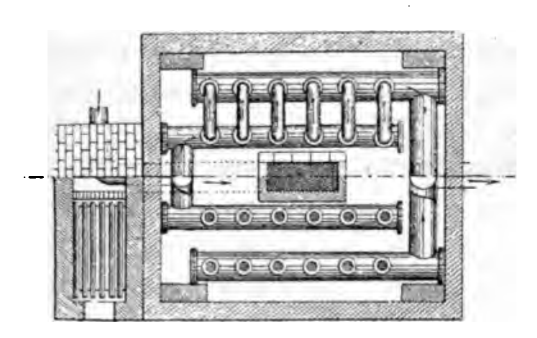


Fig. 29. — Surchauffeur Deacon.

Ils arrivent alors au *décomposeur*, dans lequel a lieu la réaction sur le sel de cuivre et le dégagement de chlore. Un décomposeur est formé par un gros cylindre en fonte, entouré d'une enveloppe en maçonnerie; dans l'espace vide existant entre les deux cloisons circulent d'abord des gaz chauds provenant du surchauffeur.

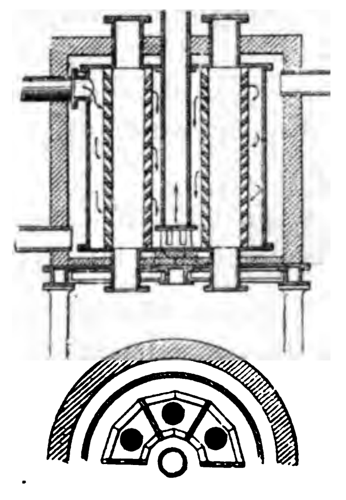


Fig. 30.
Décomposeur Deacon.

Le mélange d'acide chlorhydrique et d'air entre dans le cylindre par la partie supérieure; le chlore dégagé s'échappe par un gros tuyau

central. La décomposition s'effectue dans un espace polygonal annulaire, disposé autour du tuyau central de sortie et divisé en huit ou douze compartiments. Ces compartiments sont remplis de la matière poreuse imprégnée du sel de cuivre; leurs surfaces parallèles sont formées de *jalousies*, de façon à laisser pénétrer le mélange gazeux. Des tubulures sont placées en haut et en bas de chaque compartiment pour permettre leur remplissage et leur vidange.

La matière poreuse employée consiste en résidus de pyrite ou en fragments de briques; on l'imprégne généralement de chlorure cuivrique, sel qui se prête le mieux à une marche continue. Le chlorure cuivrique est obtenu en dissolvant les cendres cuivriques, au contact de l'air, dans de l'acide chlorhydrique.

La masse, se fatiguant, doit être renouvelée à intervalles convenables. La vidange est organisée méthodiquement par roulement des compartiments, de telle sorte que le travail est continu.

La masse épuisée contient encore de 0.2 à 0.3 p. c. de cuivre métallique; jusque maintenant, on n'a pas encore trouvé le moyen de tirer parti de ce cuivre.

A la sortie du décomposeur, les gaz se rendent dans un appareil de condensation semblable à ceux utilisés pour la fabrication de l'acide chlorhydrique; il est terminé par une tour à plateaux, dans laquelle les gaz abandonnent l'acide chlorhydrique entraîné. Les gaz sont ensuite séchés en circulant de bas en haut dans une tour en plomb dont la garniture intérieure

est arrosée par de l'acide sulfurique à 60° ou 62° B. Les gaz sont alors prêts pour la chloruration de la chaux.

Chloruration de la chaux.

Les gaz sont refoulés dans les chambres de chloruration par une soufflerie Root. Ces chambres sont construites au moyen de grandes plaques de schiste ou de grès, et divisées en seize étages par des plaques de même matière. Sur chaque étage, on étend une mince couche de chaux éteinte; les gaz entrent par le haut et sortent par le bas après avoir léché tous les étages, puis pénètrent dans la chambre suivante qu'ils parcourent de bas en haut, et ainsi de suite. Cette disposition est nécessaire parce qu'on n'a pas affaire ici à une atmosphère de chlore presque pur, mais à un mélange gazeux pauvre, contenant une assez grande quantité de gaz inerte provenant de l'air introduit à la sortie du four à sulfate; il s'ensuit que la réaction est beaucoup moins vive et il faut offrir aux gaz de grandes surfaces de contact pour utiliser convenablement le chlore qu'ils contiennent.

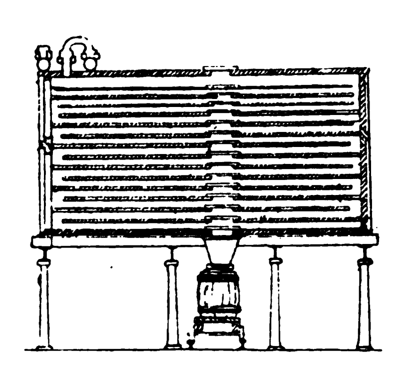


Fig. 31. — Chambre de chloruration Deacon.

Chlorure de chaux liquide.

Le chlorure de chaux liquide est préparé par simple dissolution du chlorure de chaux solide, qui est soluble dans l'eau.

On pourrait l'obtenir également par l'électrolyse d'une solution de chlorure de calcium. Aucun dispositif n'est nécessaire, cette fois, pour soustraire le métal mis en liberté à l'action du chlore; il faut, au contraire, laisser ce dernier se combiner avec l'hydrate de chaux qui se forme. Cette méthode de fabrication n'est pas, croyons-nous, appliquée à l'usine de la Société Solvay.

Production. — Commerce.

La quantité totale de chlorure de chaux solide fabriquée annuellement en Belgique, tant par la méthode électrolytique que par le procédé Deacon, peut être évaluée à 6,000 tonnes environ. Cette production n'est que partiellement affectée aux besoins du pays et nous importons de grandes quantités de chlorure de chaux d'Angleterre, de France et d'Allemagne. D'autre part, une assez forte partie de notre chlorure de chaux est vendue à l'étranger, notamment au Canada, aux États-Unis, etc.

Le chlorure de chaux se présente sous forme d'une poudre blanche mélangée de petites masses agglomérées; il s'expédie en fûts.

Sa valeur commerciale dépend de sa teneur en chlore actif, qui va jusque 37 à 38 p. c.

Le prix pour l'exportation est actuellement de 9 fr. 50 c. les 100 kilogrammes, franco port d'embarquement.

La préparation du chlorure de chaux liquide est pratiquée par deux usines, livrant par an environ 1,600 tonnes. Ce produit est transporté en dames-jeannes de 60 à 70 litres. Sa valeur est de 4 francs les 100 kilogrammes, pour une densité de 8 à 10° B.

Le chlorure de chaux solide est très employé comme matière de blanchiment, dans l'industrie textile, dans la fabrication du papier, etc.

Le chlorure de chaux liquide n'est destiné qu'à des besoins locaux.

2° Soude caustique.

Procédés de fabrication.

La soude caustique est obtenue soit par la décomposition électrolytique du chlorure de sodium, ainsi que nous l'avons expliqué précédemment, soit en caustifiant le carbonate de soude par la chaux.

Dans le premier procédé, la solution de soude caustique, formée par le sodium dégagé de son amalgame, doit être concentrée et évaporée jusqu'à ce que l'on obtienne une masse solide. Le produit présente une richesse de 76 à 78 p. c. de soude caustique anhydre.

La fabrication au moyen du carbonate comporte des opérations assez longues, qui doivent être effectuées à l'ébullition. Le point important est d'arriver à une

caustification complète et de débarrasser les lessives des impuretés qui se précipitent.

L'usine de Couillet, appartenant à la Société Solvay, possède une installation complète pour l'application de ce procédé, qui tend, d'ailleurs, de plus en plus à céder le pas à la méthode électrolytique.

La soude caustique est, dans certains cas, fournie sous forme de lessives à une densité variant de 35 à 50° B; ces solutions contiennent de 15 à 20 p. c. de soude caustique anhydre. De petites usines livrent également, sous le nom de *caligène* ou *extrait de savon*, des lessives de 10 à 30° B.

Production. — Commerce.

La production annuelle de soude caustique solide peut être estimée à environ 2,000 tonnes.

Ce produit vaut actuellement 27 francs les 100 kilogrammes. Il s'expédie généralement en tambours de fer d'une contenance de 400 kilogrammes.

Les lessives se transportent soit en touries, soit en wagons-citernes de 10 à 12 tonnes. Elles se vendent à raison de 30 à 35 centimes l'unité de soude caustique anhydre.

La principale application de la soude caustique réside dans la fabrication des savons durs. La soude caustique est employée pour le lavage de divers produits après traitement par un acide, notamment de la naphtaline, de l'anthracène, du naphte, du pétrole, etc. C'est également au moyen de ce réactif que l'on

dissoud certaines substances animales telles que le cuir, la laine, la soie, les poils, etc. Enfin, la soude caustique intervient dans la fabrication des couleurs d'aniline.

La plupart des industries qui utilisent la soude caustique l'emploient sous forme de solution. Il semble qu'elles auraient avantage à préparer directement ces lessives par caustification du carbonate de soude, de façon à économiser les frais de concentration et d'évaporation nécessaires pour amener la soude caustique à l'état solide.

III. — CRISTAUX DE SOUDE. ACIDE SULFUREUX ET BISULFITES. — COMPOSÉS DIVERS.

1° Cristaux de soude.

Fabrication.

La soude brute, telle qu'elle était obtenue par l'ancienne méthode Leblanc, ne pouvait pas servir directement aux usages domestiques; il était nécessaire de la purifier par une dissolution et une cristallisation. Dans cette opération, le sel de soude absorbe une notable quantité d'eau et ne contient plus pratiquement que 35 à 36 p. c. de carbonate.

Bien que la soude fabriquée par le procédé Solvay soit beaucoup plus pure, on continue néanmoins à la transformer en cristaux de soude, l'habitude en étant

prise par le consommateur, qui trouve que le carbonate pur a l'inconvénient d'être trop *sec*.

En même temps, il est d'usage d'ajouter au carbonate une certaine proportion de sulfate de soude, afin de donner aux cristaux de la *solidité*. Malheureusement, cette proportion a été toujours en augmentant au détriment de la qualité du produit, et, à l'heure actuelle, le sel de soude ordinaire du commerce est presque exclusivement constitué par du sulfate de soude. Ce produit est parvenu ainsi, par un moyen détourné, à récupérer une partie du débouché qui lui avait enlevé l'abandon de la méthode Leblanc. On lui ajoute un peu de carbonate de soude pour neutraliser l'acidité qu'il pourrait encore présenter.

Parfois, on utilise même, pour faire des cristaux de soude, le bisulfate provenant de la fabrication de l'acide nitrique, après l'avoir neutralisé au moyen de chaux.

Les matières premières, soude Solvay et sulfate de soude, sont fournies en partie par la Belgique, en partie par l'Angleterre. Les prix moyens sont respectivement de 10 et 4 francs les 100 kilogrammes.

La dissolution des sels de soude se fait généralement dans des bacs à double fond chauffés à la vapeur.

Le liquide est maintenu à une température de 35° jusqu'à ce qu'il atteigne une concentration de 30 à 34° B. La solution se rend ensuite dans de grands cristallisoirs à fond hémisphérique, ou dans de petits cristallisoirs évasés à fond plat. Ce dernier système donne de meilleurs résultats en été; la chaleur entra-

vant la cristallisation, celle-ci se fait mieux dans des vases peu profonds qui se refroidissent facilement.

Production. — Commerce.

On classe commercialement les cristaux de soude de la manière suivante :

Cristaux purs, genre anglais ou en couteaux, contenant 80 à 90 p. c. de carbonate cristallisé, valeur : 5 à 7 francs les 100 kilogrammes ;

Cristaux mixtes, contenant plus ou moins de sulfate, valeur : 4 fr. 50 à 5 fr. 50 les 100 kilogrammes, suivant le degré de pureté ;

Cristaux ordinaires, en fer de lance, presque exclusivement composés de sulfate, valeur : 4 francs [1].

On fabrique également du sulfate de soude pur en cristaux ou en aiguilles. Ce produit, connu dans le commerce sous le nom de *sel de Glauber* ou *sel anglais*, est utilisé en teinture et employé comme purgatif pour bestiaux. Sa valeur est de 4 fr. 50 à 5 francs les 100 kilogrammes.

La production totale de ces cristaux s'élève annuellement à environ 40,000 tonnes, non compris ceux fabriqués à l'usine de la Société Solvay.

[1] Concurremment aux sels de soude, certaines maisons livrent depuis quelque temps sous le nom de *sodex*, *sodal*, *litosoline*, etc., des matières de blanchiment en poudre constituées essentiellement par du carbonate de soude broyé.

Les sels de soude pour [illegible] en Hollande [illegible] en France, en Angleterre [illegible]

[illegible]

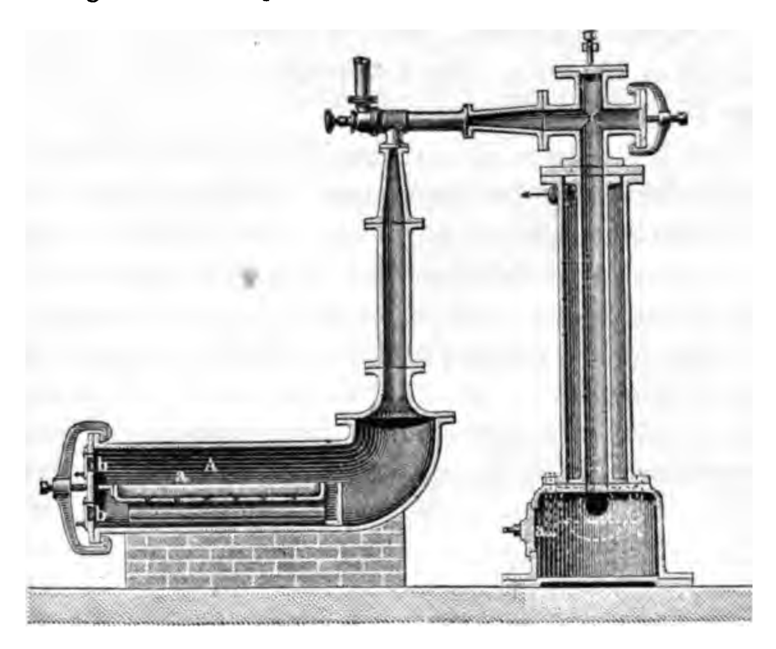
[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

en fer dont la porte est percée d'ouvertures pour l'entrée de l'air, soit dans des appareils plus perfectionnés avec injecteurs pour l'introduction de l'air et réfrigérant subséquent.



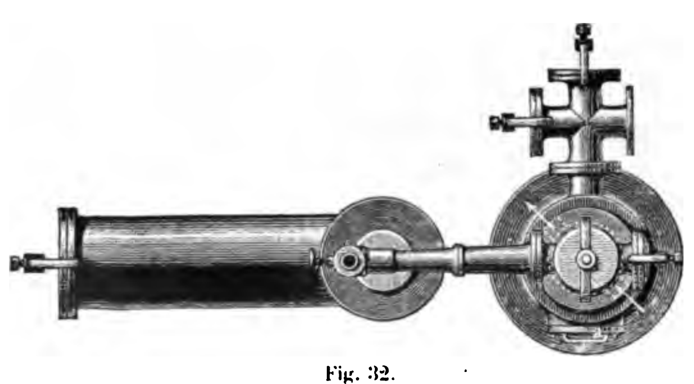


Fig. 32.
Appareil avec injecteur pour la préparation de l'acide sulfureux.

Le gaz sulfureux se rend dans une série de chambres en plomb, avec charpente en bois, hermétiquement closes. Ces chambres, qui sont à double fond, contiennent soit du carbonate de soude, soit du lait de chaux. Des robinets adaptés à la partie inférieure servent à extraire la solution de bisulfite formée.

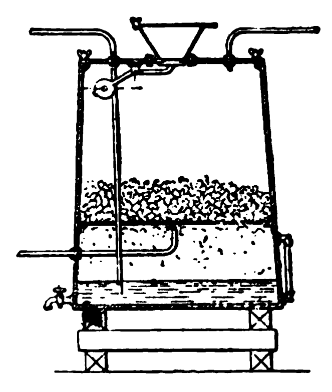


Fig 33. — Chambre pour la préparation des bisulfites.

Le gaz sulfureux est expulsé par une cheminée après épuisement convenable, ou bien est amené dans une dernière chambre contenant de l'eau et où l'on prépare la solution d'acide sulfureux.

Production. — Commerce.

Acide sulfureux.

La production est d'environ 40 tonnes par an. Ce produit ne peut supporter un transport un peu long; il s'expédie en fûts de 130 kilogrammes, quelquefois en touries. Il vaut environ 10 francs les 100 kilogrammes, 15 francs en touries.

L'acide sulfureux liquide, livré au commerce, a une densité de 5° B; il est employé en brasserie pour la désinfection des tonneaux et la dissolution des gélatines.

Bisulfite de soude.

La production atteint 2,500 tonnes, dont plus de 2,000 s'exportent dans tous les pays du monde, sauf en France. Le prix est de 9 fr. 50 c. à 10 fr. 50 c. les 100 kilogrammes; pur et à forte densité, il atteint 23 francs les 100 kilogrammes.

Le bisulfite de soude liquide sert principalement au lavage des laines. Sa densité va de 30 à 40° B. On prépare aussi des pastilles avec du bisulfite de soude en poudre venant d'Allemagne; ces pastilles sont introduites dans les fûts de bière avant la fermeture de la bonde.

Bissulfite de chaux.

La production annuelle est d'environ 800 tonnes vendues presque entièrement en Belgique et un peu en Hollande. Ce produit s'expédie en fûts de 260 kilogrammes; sa valeur est de 8 à 15 francs suivant densité.

Le bisulfite de chaux liquide, sert aux mêmes usages que l'acide sulfureux; sa densité varie de 11 à 15° B.

L'acide sulfureux en solution et le bisulfite de chaux sont souvent remplacés maintenant par l'acide sulfureux liquéfié, produit facilement transportable, dont nous nous occupons à une autre place [1].

---

[1] Voir Troisième Partie.

3° Composés divers.

Sulfate de magnésie.

Ce produit, vendu en droguerie sous le nom de *sel d'Epsom*, se prépare au moyen du sulfate de magnésie brut ou kieserite de Stassfurth, par dissolution et cristallisation.

Il est fabriqué en Belgique par deux usines, qui produisent ensemble environ 1,700 tonnes par an, dont 1,100 à 1,200 sont exportées.

On fournit deux qualités de sulfate de magnésie : le sel pour l'industrie (apprêt des tissus), à fr. 8,50 les 100 kilogrammes, et le sel pour usage pharmaceutique, à fr. 11 à 12 les 100 kilogrammes.

Hypochlorite de soude.

L'hypochlorite de soude est un liquide de blanchiment qui se prépare en faisant réagir du chlorure de chaux liquide sur du carbonate ou du sulfate de soude. On obtient une solution d'hypochlorite de soude contenant également du chlorure de sodium, et, en outre, un précipité de carbonate ou de sulfate de calcium que l'on sépare.

La solution d'hypochlorite, connue dans le commerce sous le nom d'*eau de javel*, a une densité qui varie entre 18 à 30° B; elle s'expédie de la même manière que le chlorure de chaux liquide.

La valeur varie, suivant densité, de 10 à 16 francs les 100 kilogrammes.

Les cinq maisons, qui s'occupent de la préparation de l'eau de javel, en produisent environ 500 tonnes par an, qui sont presque entièrement vendues dans le pays.

Chlorure de zinc.

Le chlorure de zinc se fabrique en petite quantité en Belgique; il se prépare en dissolvant du zinc dans de l'acide chlorhydrique. La solution obtenue a une densité de 52° B et contient environ 50 p. c. de chlore.

La production annuelle est d'environ 300 tonnes dont 200 sont exportées; le prix est de 24 francs les 100 kilogrammes.

Le chlorure de zinc est utilisé en médecine, comme désinfectant, et en teinture, on s'en sert aussi pour la préservation des billes de chemin de fer.

Sulfure de sodium.

Il s'agit ici, non pas du sulfure de sodium pur, mais plutôt d'un mélange contenant une certaine proportion de ce composé.

La fabrication comprend d'abord la fusion des matières premières, soufre brut et carbonate de soude, dans une chaudière installée au-dessus d'un foyer. Lorsque la réaction est achevée, on fait couler la masse, de consistance pâteuse, dans une cuve placée en contrebas du sol. On la coule en plaques de 10 kilogrammes et aussitôt après refroidissement, on emballe celles-ci dans des caisses de bois zinguées et soudées

afin d'éviter le contact de l'air. Ces caisses ont un poids de 75 kilogrammes.

La production s'élève à environ 150,000 kilogrammes annuellement. La plus grande partie est exportée en France et dans la République Argentine. La valeur commerciale de ce produit est de 30 francs les 100 kilogrammes.

Le sulfure de sodium sert surtout à la préparation des bains de Barèges; on l'emploie aussi comme antigalleux pour moutons.

La fabrication du sulfure de sodium pur par la réduction du sulfate de soude est en essai dans une de nos importantes fabriques de produits chimiques.

IV. — POTASSE. — SALPÊTRE. — SEL RAFFINÉ.

1° Potasse.

Matières premières.

La potasse fabriquée en Belgique est d'origine végétale et animale. La première est extraite des *vinasses* ou résidus de la distillation des mélasses de betterave; la seconde est retirée des *eaux de suint* provenant du lavage des laines.

Les vinasses sont les résidus liquides que l'on obtient après avoir séparé l'alcool par distillation des mélasses provenant de la fabrication du sucre de betterave. Ces liquides contiennent, outre diverses matières organiques, une certaine quantité de sels de

potasse (carbonate, chlorure, sulfate) et du carbonate de soude.

La teneur des vinasses en sels alcalins est assez considérable; aussi les distillateurs de mélasses ne négligent-ils pas de tirer parti de ces sous-produits, dont le traitement constitue une opération rémunératrice.

Le suint, matière grasse secrétée par la peau des moutons, se trouve mélangée à la laine brute ou *en suint*, dans une proportion dépassant souvent 20 p. c. du poids de la laine. Cette substance est formée en grande partie par des sels organiques de potasse; elle constitue une source précieuse d'une potasse susceptible d'être obtenue à un haut degré de pureté. On compte que 100 kilogrammes de laine en suint peuvent fournir de 5 à 7 kilogrammes de carbonate de potasse brut.

1. — Potasse de vinasses.

Potasse brute.

Fabrication.

Pour retirer la potasse *brute*, on concentre les vinasses, puis on évapore jusqu'à obtenir un résidu sec qui porte le nom de *salin* de betterave.

Les vinasses n'ont qu'une densité de 4° B environ. On les concentre généralement jusqu'à une densité de 20° B et, dans certaines usines, jusqu'à une densité de 30° B. Cette opération s'effectue dans des appareils à double ou à triple effet, analogues à ceux employés

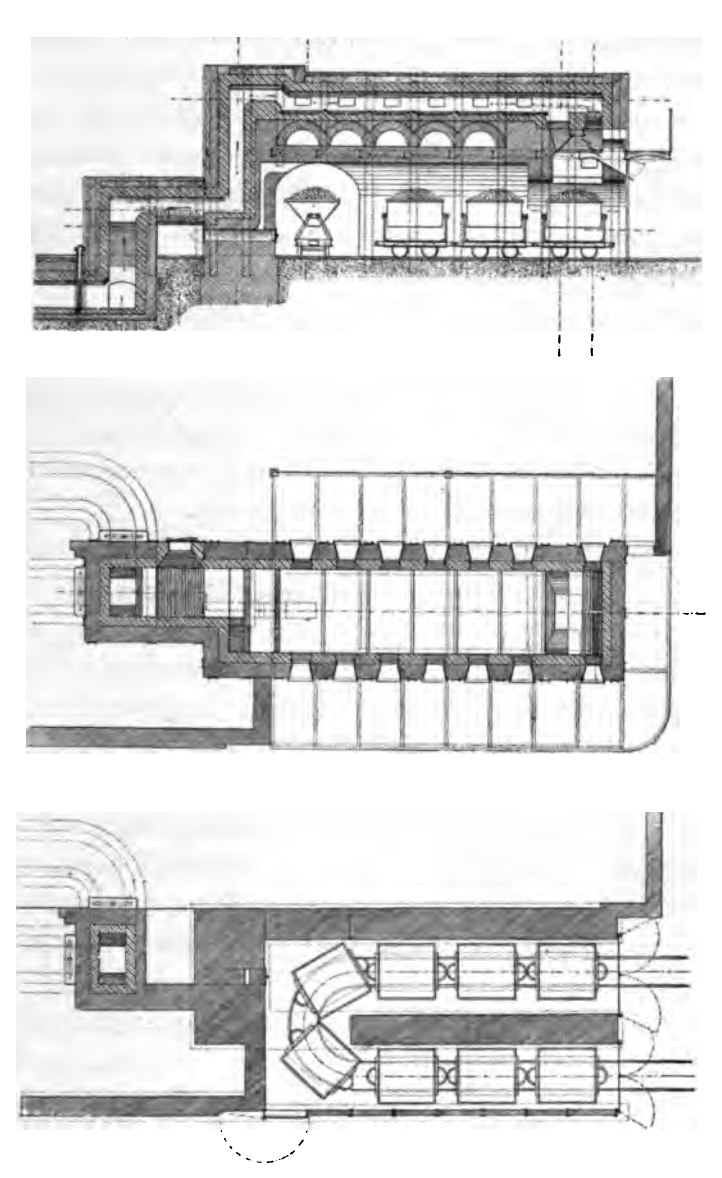


Fig. 34. — Four continu pour la calcination des vinasses.

Coupes longitudinales.

dans la fabrication du sucre. Les vinasses sont ensuite mises en dépôt dans une grande cuve, d'où un tuyau les conduit au four de calcination.

L'appareil encore le plus généralement employé pour la calcination est le four *Porion*. C'est un four à réverbère à deux soles séparées par un autel. Les vinasses arrivent d'abord dans la sole la plus éloignée du foyer, où elles achèvent de se concentrer jusqu'à consistance sirupeuse. Dans cette partie, un ou deux arbres creux, munis de palettes courbes et tournant assez vite, remuent constamment le liquide et le projettent contre la voûte, d'où il retombe en une pluie traversée par le courant des gaz chauds.

La vinasse est ensuite ramenée par un conduit extérieur sur la première sole, où elle s'évapore complètement, en même temps que les substances organiques se calcinent. Parfois, cette seconde opération se fait dans un four de calcination séparé.

Le salin, raclé et extrait du four, est mis en silos sur une aire, où la calcination s'achève lentement pendant une dizaine de jours, le produit continuant à blanchir. Celui-ci est ensuite emmagasiné pour être plus tard expédié, soit en vrac dans des wagons bâchés, soit en sacs ou en barriques, suivant le désir de l'acheteur.

Dans une usine, on emploie un système plus moderne, dans lequel le travail se fait d'une façon continue et nécessite moins de combustible.

Le four, également formé de deux soles, dont une très grande, est muni de nombreuses portes de chaque côté pour surveiller l'opération. Les vinasses, préala-

blement concentrées à 30° B dans un triple effet, sont mises en dépôt dans un réservoir placé au-dessus du four. De là, elles arrivent en une nappe continue à l'extrémité de la grande sole; elles se concentrent progressivement en s'évaporant et finissent par s'enflammer. La calcination s'achève sur la petite sole. Aucun agitateur n'est nécessaire dans ce système.

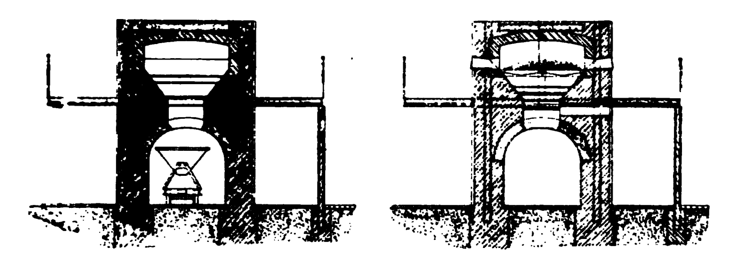


Fig. 35. — Four continu pour la calcination des vinasses. Coupes transversales.

Le salin est retiré et tombe dans des wagonnets qui circulent en dessous du four. Les vapeurs qui s'échappent de la sole sont conduites dans la cheminée d'évacuation. Elles peuvent également être amenées vers un petit foyer pour être brûlées complètement. Les gaz se rendent ensuite sous les générateurs de façon à récupérer la chaleur.

Production. — Commerce.

Il existe en Belgique sept distilleries qui s'occupent de l'extraction des salins. Leur production varie suivant la quantité de mélasses existant sur le marché, c'est-à-dire suivant la récolte de betteraves; nor-

malement on peut l'estimer à environ 4,000 tonnes par an.

Le prix dépend naturellement de l'abondance du produit et de la demande de potasse raffinée; il oscille généralement entre 35 et 45 centimes par unité de carbonate de potasse, la teneur en autres sels n'entrant pas en ligne de compte. Il est rare que le prix du salin tombe en dessous de 15 à 16 francs les 100 kilogrammes.

La majeure partie de la production est vendue en Belgique aux raffineurs de potasse. L'exportation tend à augmenter dès que les prix deviennent moins rémunérateurs dans le pays. C'est ainsi que, certaine année, 1,500 tonnes ont été expédiées à l'étranger, en France et en Amérique par la voie de Hambourg.

Potasse raffinée.

Matières premières.

La potasse raffinée ou carbonate de potasse plus ou moins pure est fabriquée au moyen des salins de betterave.

La composition de ces salins varie naturellement suivant la provenance des mélasses et le traitement qu'elles subissent. Les chiffres suivants représentent assez bien leur richesse moyenne en sels alcalins :

Carbonate de potasse	43 à 45 p. c.
Carbonate de soude	10 à 15 p. c.
Chlorure de potasse	8 à 15 p. c.
Sulfate de potasse	15 à 17 p. c.

Le reste est formé de matières insolubles minérales (carbonate et phosphate de chaux) et de substances charbonneuses, qui communiquent à la masse une teinte plus ou moins noirâtre.

Les salins employés pour le raffinage ne sont pas tous de provenance belge; il en vient de grandes quantités de Hollande et aussi de France et d'Allemagne.

Fabrication.

La potasse raffinée s'obtient en séparant le carbonate de potasse des autres sels avec lesquels il se trouve mélangé dans le salin.

On commence par dissoudre la matière, puis on concentre le liquide jusqu'à 42° B. Après décantation, le refroidissement provoque la précipitation, d'abord, du sulfate de potassium, puis celle du chlorure de potassium; ces deux sels sont enlevés successivement. Après une nouvelle concentration à l'ébullition des eaux-mères jusque 50° B, on obtient par cristallisation du carbonate double de soude et de potasse que l'on recueille. Le liquide, évaporé à sec et calciné, donne du carbonate de potasse. D'autre part, on sépare le carbonate de potasse du carbonate double, en traitant celui-ci par une faible quantité d'eau bouillante qui dissout le sel de potasse; il ne reste plus qu'à évaporer et à calciner cette solution. Le carbonate de soude restant est mis en solution pour être utilisé.

Comme on le voit, la séparation des différentes parties du salin est basée sur les différences de solu-

bilité, à différentes températures, des divers sels en présence. Il faut donc soigner attentivement le travail et bien surveiller les températures des lessives afin de ne pas dépasser les concentrations voulues.

La matière première arrive aux raffineries en masses plus ou moins grenues; les plus gros morceaux doivent être cassés à la main ou broyés mécaniquement. Le salin ainsi préparé est versé dans des cuves de lixiviation formant filtres, à double fond garni de sacs, et pouvant contenir 10 tonnes de matière.

Le chauffage des solutions se fait le plus souvent à l'aide de vapeur, ce qui nécessite une surface de chauffe assez importante.

Tous les salins ne se comportent pas de la même façon au cours de leur traitement et la séparation des sous-produits est plus ou moins difficile suivant l'origine et la composition de la matière première.

La potasse raffinée présente ordinairement un degré de pureté qui va de 75 à 95 p. c. et qui descend parfois jusque 60 p. c.; la teneur moyenne commerciale est de 80 p. c. Elle contient toujours une certaine proportion de carbonate de soude, sel qu'il est presque impossible d'éliminer complètement.

Production. — Commerce.

Les trois usines belges qui s'occupent du raffinage de la potasse — conjointement avec d'autres fabrications, telles que celles du nitrate de potasse et du savon — fournissent ensemble une production qu'on

peut évaluer à environ 2,600 tonnes par an, dont la moitié à peu près est exportée vers la France, l'Allemagne, l'Espagne, l'Angleterre et l'Amérique du Nord.

La potasse raffinée est surtout consommée par les fabricants de savon mou, et un peu par les fabricants de potasse caustique. Elle s'expédie généralement en barils de 600 kilogrammes.

La valeur moyenne est de 30 francs pour des teneurs de 70 à 75 p. c., et de 36 francs pour des teneurs de 95 à 100 p. c.

Sous-produits.

Carbonate de soude. — Il se prépare sous forme de cristaux. La production est à peu près de 350 tonnes par an. Nous avons déjà indiqué la valeur de ce produit.

Sulfate et chlorure de potasse. — Ces sels sont obtenus en quantités à peu près équivalentes. Ils sont presque exclusivement vendus dans le pays comme engrais potassiques. Leur titre est de 90 à 95 p. c. et leur prix de 20 francs les 100 kilogrammes. Production annuelle : environ 500 tonnes.

Noirs de potasse. — Ce sont les résidus ultimes de la fabrication. Contenant encore 1/2 p. c. d'azote et 1/2 p. c. de potasse, ils sont ajoutés aux engrais minéraux pour leur donner de la coloration. Leur valeur est à peine de 1 franc la tonne, ce qui représente les frais de mise sur wagon.

B. — **Potasse de suint.**

Fabrication.

Eaux de suint. — Le suint étant très soluble dans l'eau, il est facile de le séparer de la laine par trempage avant qu'elle ne passe aux léviathans.

Il existe des systèmes perfectionnés pour épuiser la laine le plus complètement possible par un lessivage automatique et méthodique. Tel est l'appareil Richard Lagerie, qui est divisé en une série de compartiments contenant des eaux de suint à différentes concentrations. A l'aide d'une petite pompe, on fait passer successivement ces eaux sur la laine à désuinter que l'on introduit par parties dans une cuve portée sur roues. L'eau la plus pure vient en contact avec la laine presque épuisée et la laine en suint reçoit l'eau la plus chargée.

Les eaux de suint ainsi obtenues ont une densité qui varie de 1,050 à 1,100 degrés (10 à 12° B). Quand elles ne sont pas traitées dans l'établissement lui-même, elles sont mises en fûts de 300 litres pour être livrées aux fabricants de potasse.

Potasse. — Comme pour la potasse de vinasses, les eaux sont concentrées, évaporées et calcinées. Ces opérations s'effectuent dans des fours rappelant le four Porion, mais sans agitateurs. Il y a également deux soles séparées par un autel, et en plus une troisième sole supérieure où commence la concentration.

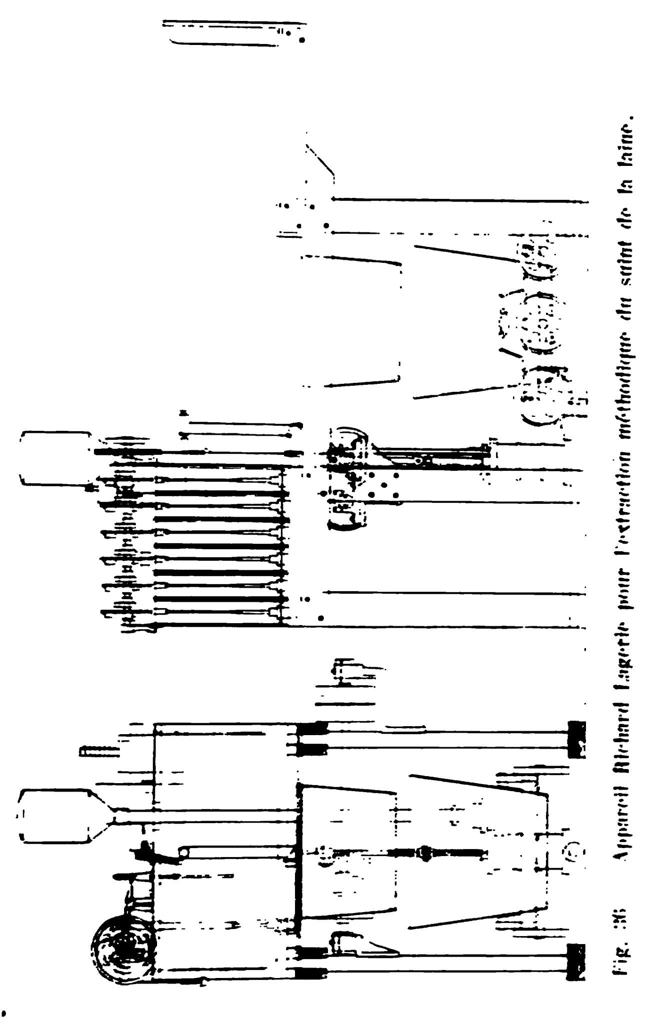


Fig. 36. — Appareil Richard Lagerie pour l'extraction méthodique du suint de la laine.

La potasse calcinée, retirée du four, est mise dans des loges en maçonnerie, où elle séjourne de quinze à vingt jours, pendant lesquels la calcination s'achève peu à peu.

La potasse brute de suint rappelle comme aspect le salin de betterave, mais elle contient de 75 à 80 p. c. de carbonate de potasse. Grâce à cette richesse, elle est recherchée pour fabriquer la potasse caustique et pour préparer les lessives destinées à la fabrication des savons mous.

Production. — Commerce.

Malgré la valeur réelle des eaux de suint au point de vue de la potasse, le nombre des fabricants qui désuintent la laine avant de la soumettre au lavage proprement dit est assez restreint. Deux maisons importantes extraient elles-mêmes la potasse des eaux de suint; il existe, en outre, deux petites usines qui traitent des eaux de suint provenant du dehors.

La production annuelle de ces quatre établissements est d'environ 1,100 tonnes, dont un peu plus de la moitié est exportée en Allemagne et surtout dans l'Amérique du Nord.

La valeur commerciale de la potasse de suint se calcule à raison de 32 à 33 centimes par unité de carbonate de potasse. Ce produit s'expédie en barriques de 600 à 700 kilogrammes.

La production de la potasse de suint tend plutôt à diminuer. En effet, beaucoup de laines de Buenos-Ayres, très riches de suint, vont directement aux

usines de peignage d'Allemagne et de France, et leur traitement échappe ainsi à nos lavoirs. D'autre part, il arrive de plus en plus de laines brutes *lavées à dos* et, par conséquent, peu riches en suint.

Potasse caustique.

Un établissement, situé à Anvers, fabrique la potasse caustique, principalement au moyen de la potasse de suint.

La potasse caustique se prépare en caustifiant, à chaud et à l'abri de l'air, une lessive de carbonate de potasse par une solution de chaux. Après décantation, on concentre jusqu'à précipitation des sels étrangers, puis le liquide est évaporé à siccité. On chauffe le résidu au rouge sombre et on le coule sur des plaques en fonte, afin de l'obtenir le plus anhydre possible (1).

La potasse est livrée au commerce à des titres de 60 à 65 p. c. et de 75 à 80 p. c. de potasse anhydre; elle se vend à raison de 64 centimes par unité. Ce produit s'expédie en fûts de 50, 125 et 280 kilogrammes.

La production annuelle est d'environ 500 tonnes, dont les trois quarts sont envoyés outre-mer.

La potasse caustique est employée dans la droguerie, la savonnerie, dans le traitement des minerais d'or, la fabrication de la cellulose, de la soie artificielle, etc.

---

(1) Sorel : *La grande industrie chimique minérale.*

Dans notre pays, ce produit doit lutter contre la concurrence des lessives de potasse importées d'Allemagne, fabriquées par l'électrolyse du chlorure de potassium.

2° Salpêtre.

Matières premières.

Le salpêtre ou nitrate de potassium s'obtient par la double décomposition en solution chaude du nitrate de soude et du chlorure de potassium, donnant comme sous-produit du chlorure de sodium.

Le nitrate de soude vient du Chili; son prix est sujet à des fluctuations assez considérables et varie parfois de 20 à 30 francs les 100 kilogrammes sur bateau à Anvers ou Dunkerque.

Le chlorure de potassium vient de Stassfurth; il vaut de 17 à 20 francs les 100 kilogrammes sur bateau au canal le plus rapproché.

Fabrication.

Le mélange des deux matières se fait en parties égales dans des chaudières chauffées à feu nu ou bien à la vapeur. Le chauffage à la vapeur est plus facile à régler, mais plus coûteux pour les usines qui ne sont pas installées sur une grande échelle. Par contre, le chauffage à feu nu expose au danger de brûler les tôles, danger auquel on pare d'ailleurs par l'institution de primes aux ouvriers chargés de la conduite du feu.

Dès que la double décomposition se produit, le chlorure de sodium se dépose dans la solution chaude; pour le séparer, on amène la masse sur des filtres. La solution de nitrate de potasse se rend de là dans des bacs rectangulaires où il cristallise après refroidissement. On peut accélérer la réfrigération à l'aide d'un agitateur; dans ce cas, les cristallisoirs ont la forme cylindrique.

On obtient ainsi le salpêtre brut, que l'on raffine par une dissolution à chaud dans de l'eau pure et par une nouvelle cristallisation à froid.

PRODUCTION. — COMMERCE.

Le salpêtre raffiné en petits cristaux et connu sous le nom de salpêtre *neige*, est généralement livré en deux qualités :

Celui au $^{25}/_{1,000}$, c'est-à-dire contenant 1 kilogramme d'impuretés par 25,000 kilogrammes, et celui au $^{10}/_{1,000}$, c'est-à-dire contenant 1 kilogramme d'impuretés par 10,000 kilogrammes.

Le plus pur sert pour la fabrication de la poudre; l'autre est utilisé dans la glacerie, en agriculture, et dans la salaison des viandes. Quelques consommateurs exigent également le salpêtre sous forme de gros cristaux, que l'on obtient par une redissolution et une cristallisation lente, par temps froid.

Quant au salpêtre brut, sa consommation, comme engrais azoté et potassique, est des plus restreintes.

Il existe en Belgique cinq fabriques de salpêtre;

trois de celles-ci ont conclu entre elles des arrangements en vue de limiter la production et d'éviter une concurrence exagérée; ce groupe est également d'accord avec le syndicat allemand pour régler l'exportation.

En effet, en Belgique, la consommation de salpêtre va en décroissant depuis que l'on substitue de nouveaux explosifs à la poudre noire de chasse, dont la production diminue chaque année.

On peut estimer la production actuelle à environ 2,500 tonnes par an; un bon tiers de cette quantité est exporté en Orient, en Grèce, en Roumanie, en Chine, au Japon, dans l'Amérique du Sud, etc.

L'expédition se fait en sacs de 100 kilogrammes, simples pour l'intérieur, doubles pour l'exportation, quelquefois en tonneaux de 50 à 500 kilogrammes.

Le prix du salpêtre raffiné dépend naturellement du cours du nitrate de soude; il varie ordinairement entre 42 et 47 francs les 100 kilogrammes.

Sous-produit.

Le chlorure de sodium est obtenu comme sous-produit, en quantité un peu inférieure à celle du salpêtre raffiné.

Les raffineurs, reculant devant la dépense de combustible nécessaire pour le transformer en sel raffiné, l'écoulent souvent à l'état brut au prix de 1 fr. 25 c. la tonne; son utilisation sous cette forme consiste dans la falsification de certains engrais chimiques.

Nitrate d'ammoniaque.

Le nitrate d'ammoniaque remplace le nitrate de potasse, pour la préparation de certains explosifs de sécurité. Quelques fabricants d'explosifs préparent eux-mêmes tout ou partie du nitrate dont ils ont besoin ; une de nos fabriques de dynamite en produit également une certaine quantité.

La fabrication consiste simplement à saturer l'acide nitrique par l'ammoniaque dans une chaudière en fonte, puis à concentrer la solution et à faire cristalliser dans des appareils analogues. Le sel est ensuite séché.

Il serait difficile d'évaluer la production, qui est d'ailleurs encore peu importante ; ce produit est souvent acheté en Allemagne par les fabricants d'explosifs.

Nous croyons savoir que des études se poursuivent en vue de l'organisation de la fabrication du nitrate d'ammoniaque par double décomposition.

3° Sel raffiné.

Matières premières.

Une certaine partie du sel employé pour les usages domestiques est préparé en Belgique par le raffinage du sel gemme ; de petites quantités proviennent également du chlorure de sodium obtenu dans la fabrication du salpêtre et des résidus de la fabrication de la soude à l'ammoniaque.

Le sel gemme, raffiné en Belgique, est de provenance allemande, anglaise ou française. La plupart des sauniers préfèrent le sel allemand, qui donnerait moins de déchet. D'après des analyses, la richesse en chlorure de sodium serait :

Pour le sel brut allemand	97 à 98 p. c.
Pour le sel brut anglais	94 à 95 p. c.
Pour le sel brut français	75 à 78 p. c.

Le sel brut vaut de 12 francs à 12 fr. 50 c. la tonne rendue à Anvers; mais pour les petits sauniers, placés dans l'intérieur, il revient de 14 à 16 francs, à cause des transbordements.

Fabrication.

Le raffinage consiste, d'abord, dans la dissolution à froid du sel brut, puis, dans l'évaporation de la saumure, provoquant la précipitation du sel en cristaux plus ou moins fins. Chez la plupart des petits sauniers, l'installation est ancienne et primitive. Elle comporte, pour la dissolution, un filtre en bois de chêne, de section rectangulaire ou ronde, et, pour la cristallisation, une *poêle* ou chaudière rectangulaire en tôle chauffée par un foyer. A intervalles réguliers, généralement toutes les deux heures, on retire le sel et on le met à égoutter dans des paniers. Plus on élève la température de la saumure, plus le sel recueilli est fin.

Quelques maisons possèdent une installation moderne, permettant une production considérable dans les meilleures conditions.

La dissolution se fait dans de grands filtres cylindriques en tôle ou en béton armé, pouvant contenir jusque 400 à 600 tonnes de sel brut. Ces filtres présentent un double fond formé de planches et garni de pailles, de sacs, etc., pour retenir les matières terreuses. La saumure se rend dans des citernes, parfois après avoir subi une seconde filtration.

La saumure est préparée à 23° B.; l'eau employée est la plus pure possible, fournie le plus souvent par un puits artésien. Les salines favorablement situées possèdent des bateaux spéciaux de 100 ou 125 tonnes, qui vont chercher de l'eau de mer à l'embouchure de l'Escaut. Elles emploient cette eau soit pour dissoudre tout le sel traité, soit uniquement pour la fabrication du sel dit *en écailles*, réservant l'eau de puits pour la préparation du sel fin. L'emploi de l'eau de mer procure un gain de sel de 2° B. environ.

La saumure emmagasinée dans les citernes est introduite au moyen d'une pompe, et d'une façon continue, dans de grandes poêles, de 50 centimètres de hauteur, qui ont jusque 30 mètres de long sur 6 mètres de large; elles sont chauffées par deux foyers, dont les flammes parcourent plusieurs fois la longueur de la poêle.

Dans les établissements les mieux organisés, ces poêles sont placées dans des locaux avec voûte demi-cylindrique en béton armé. Les vapeurs qui se dégagent, se condensent sur les parois le long desquelles l'eau ruisselle continuellement. Cette disposition est surtout utile pour la production du sel en écailles, parce qu'elle a pour effet de maintenir

une température assez élevée à la surface de la saumure.

Le sel est retiré avec des pelles en bois percées de trous et déposé sur des grilles en bois, ou mieux sur des couloirs basculants, à cheval sur des baies pratiquées dans le mur. Cette disposition permet de remplir facilement des wagonnets circulant au dehors du local. Pour obtenir de bons résultats, il faut maintenir dans celui-ci une température constante autant que possible, afin d'éviter les contractions et les dilatations de la tôle. Aussi travaille-t-on d'une façon continue pendant quinze jours au moins, parfois pendant six à sept semaines; après quoi on vide et on nettoie la poêle, car il se produit des incrustations et le sel commence à devenir *dur*.

Les eaux-mères, qui ont encore 3° B., sont trop pauvres pour être traitées spécialement en vue de l'extraction de sous-produits; on les ajoute à la saumure, surtout s'il s'agit de produire du sel en écailles.

Le sel en écailles, qui exige une cristallisation très lente, n'est retiré qu'au bout de trois ou quatre jours. Dans quelques usines on ne le retire qu'après dix ou quinze jours; mais, alors, il est plus dur et moins blanc; cette qualité est demandée par la clientèle de certaines régions.

Un de nos établissements prépare également, par un second raffinage, du sel de table spécial qui est fourni en petits paquets. Quant au sel ordinaire, il est expédié en sacs de 50 kilogrammes.

Production. — Commerce.

Le raffinage du sel était autrefois pratiqué par un grand nombre de petits sauniers répartis dans toutes les régions du pays. Cette industrie ne compte plus aujourd'hui qu'une quarantaine d'usines, occupant environ 210 ouvriers et utilisant tout au plus une force motrice de 60 chevaux.

La production annuelle s'élève encore à environ 30,000 tonnes, les deux tiers de cette quantité sortant de six principales salines, qui fournissent chacune de 1,000 à 6,000 tonnes. Les autres sauniers travaillent sur une plus petite échelle et livrent à la consommation des quantités variant de 60 à 800 tonnes par an. Pour ces derniers, le raffinage du sel ne constitue souvent qu'une branche accessoire, adjointe à une autre petite industrie (brasserie, distillerie, savonnerie, amidonnerie, meunerie) ou même à un commerce de denrées alimentaires.

Il convient d'ajouter au chiffre total précédent 700 à 800 tonnes provenant des fabriques de salpêtre et une certaine quantité obtenue comme sous-produit dans la fabrication de la soude à l'ammoniaque.

L'exportation est d'environ 600 tonnes par an dont 460 tonnes sont achetées par l'État indépendant du Congo. Pour l'expédition outre-mer, l'emballage doit être particulièrement soigné; il consiste en sacs doubles ou imperméabilisés, en caisses doublées de fer-blanc de 25 à 35 kilogrammes, ou en cylindres ou *touques* en tôle galvanisée.

Les prix varient suivant la finesse du grain. Les fins et demi-fins se vendent en gros à raison de 33 à 40 francs la tonne; le sel gros et le sel en écailles, employé pour la salaison des viandes, vont jusqu'à 5 fr. 50 c. les 100 kilogrammes. Quant au sel spécial de table, il se vend à raison de 5 francs la caisse de 100 paquets (33 kilogrammes).

L'industrie saunière en Belgique se trouve dans une position peu brillante. Elle lutte avec difficulté contre la concurrence des sels raffinés étrangers.

L'importation dépasse 30,000 tonnes par an; plus de la moitié de cette quantité est fournie par la France, un quart par l'Angleterre, et le reste par l'Espagne, l'Allemagne, l'Italie, la Hollande, etc. Le sel provenant des marais salants d'Espagne n'est pas raffiné, mais simplement moulu et tamisé.

Il faut noter que les importateurs de sel gemme, qui introduisent également le sel raffiné, se sont entendus pour ne fournir à chaque saunier qu'une quantité limitée de sel brut, calculée en prenant pour base la moyenne de sa production pendant les trois dernières années.

Pour remédier à la situation précaire qui leur est faite, les raffineurs de sel réclament l'établissement d'un droit d'entrée de un franc sur les sels raffinés étrangers, ou, tout au moins, une majoration de tarif équivalente au prix du transport par chemin de fer. L'adoption de ce droit ne pourrait, selon eux, avoir aucune influence sur le prix de détail, qui depuis longtemps se maintient en moyenne de 6 à 8 centimes le kilogramme. Par contre, il permettrait à une indus-

trie intéressante, non seulement de se maintenir, mais de se développer dans une assez large mesure.

Si nos raffineurs parviennent encore à maintenir leur production, c'est grâce aux soins qu'ils apportent dans le travail et à la belle qualité de leurs produits. Le consommateur belge préfère souvent, quitte à le payer un peu plus cher, le sel indigène, qui est léger, au sel importé, souvent beaucoup plus dense.

RÉPERTOIRE

Solvay et Cie, à Couillet.

Carbonate et bicarbonate de soude. Chlorure de calcium.

Cristaux de soude. Sel raffiné.

Solvay et Cie, à Jemeppe-sur-Sambre.

Chlorure de chaux solide. Soude caustique solide.

**Société anonyme des produits chimiques de Droogenbosch*, à Ruysbroeck.

Chlorure de chaux solide.

A. *Vanderstuyft*, à Ledeberg-lez-Gand.

Chlorure de chaux liquide. Eau de javel.

Cristaux de soude purs, mixtes et ordinaires. Sulfate de soude en cristaux et en aiguilles. Sulfate de magnésie. Chlorure de zinc.

L. et J. Otten, frères, à Ledeberg-lez-Gand.

Chlorure de chaux liquide. Eau de javel. Soude caustique en lessives.

Cristaux de soude purs, mixtes et ordinaires.

Sulfate de soude en aiguilles.

---

* Les établissements marqués d'un astérisque sont ceux qui figurent dans plusieurs groupes d'industries.

Mostaert-Vanneste, à Roulers.

Chlorure de chaux liquide. Cristaux de soude purs, mixtes, ordinaires. Sel raffiné.

**Société anonyme filiale belge-néerlandaise d'aluminium*, à Selzaete.

Soude caustique en lessives. Cristaux de soude purs.

**Meurice Save-Simon*, à Laeken-lez-Bruxelles.

Sulfate de soude en cristaux et en aiguilles. Sulfate de magnésie.

Bisulfites de soude et de chaux liquides.

G. Horlait, à Moustier-sur-Sambre.

Soude caustique en lessives.

Cristaux de soude purs, mixtes et ordinaires.

Acide sulfureux. Bisulfites de soude et de chaux liquides.

Gillot et Lovinfosse, à Liége.

Cristaux de soude purs, mixtes et ordinaires.

Bisulfite de soude liquide.

**Compagnie générale des produits chimiques et engrais chimiques de la Sambre*, à Jemeppe-sur-Sambre.

Acide sulfureux. Bisulfites de soude et de chaux liquides.

Eau de javel. Sulfure de sodium.

**Société anonyme de Vedrin*, à Frizet (Namur).

Sulfure de sodium.

Laubach frères, à Molenbeek-lez-Bruxelles.

Cristaux de soude purs, mixtes et ordinaires.
Sulfate de soude en cristaux et en aiguilles. Eau de javel.

**François Raynaud*, à Tessenderloo.

Cristaux de soude purs, mixtes et ordinaires.
Sulfate de soude en cristaux et en aiguilles.

David et Cie, à Moustier-sur-Sambre.

Cristaux de soude purs, mixtes et ordinaires.
Sulfate de soude en cristaux et en aiguilles.

Léon Herve, à Theux.

Cristaux de soude purs, mixtes et ordinaires.
Sulfate de soude en cristaux et en aiguilles.

Van Regemorter et Huybrechts, à Anvers.

Cristaux de soude.

Aimé Grootaert, à Tronchiennes-lez-Gand.

Cristaux de soude.

Vanbogaert-Cardo, à Hamme.

Cristaux de soude.

J. De Meyere Vermeire, à Hamme.

Cristaux de soude.

Lefebvre Fourez, à Estaimpuis.

Cristaux de soude.

Verhelst-Valcke, à Menin.

Cristaux de soude.

Arthur Bruneel, à Snaeskerke.

Cristaux de soude.

Moncheur Du Pont, à Tournai.

Cristaux de soude.

J. De Cleene Verheyer (successeur de Holvoet), à Vilvorde.

Cristaux de soude.

W. Wiechern, à Anvers.

Cristaux de soude.

Société anonyme des anciens établissements Léon Lobet, à Verviers.

Cristaux de soude.

Ch. Quanonne, à Anderlecht-lez-Bruxelles.

Cristaux de soude.

V. et E. Carbonnelle, à Kain (Tournai).

Potasse brute de vinasses.

Félix Wittouck, à Leeuw-Saint-Pierre.

Potasse brute de vinasses.

Dumont frères, à Chassart.

Potasse brute de vinasses.

Bal et Cie, à Wyneghem.

Potasse brute de vinasses.

Distillerie et sucreries réunies (*société anonyme*), à Hal.

Potasse brute de vinasses.

Louis Raucq, à Forest-lez Bruxelles.

Potasse brute de vinasses.

D. D. Sklin, à Houppertingen.

Potasse brute de vinasses.

Leipziger Wollkämmerei, à Hoboken (Anvers).

Potasse de suint.

Peltzer et fils, à Verviers.

Potasse de suint.

Eugène Cornet et Cie, à Andrimont-lez-Verviers.

Potasse de suint.

Jules Passenbronder, à Andrimont-lez-Verviers.

Potasse de suint.

Louis Pitz, à Borgerhout-lez-Anvers.

Potasse caustique solide.
Chlorure et sulfate de potasse. Cristaux de soude.

Max Mertens, à Molenbeek-lez-Bruxelles.

Potasse raffinée.

Raffinerie de potasse et de salpêtre (*société anonyme*), à Molenbeek-lez-Bruxelles.

Potasse raffinée. Cristaux de soude.

Société anonyme de produits chimiques et salpêtre de Louvain, à Louvain.

Potasse raffinée. Chlorure et sulfate de potasse. Cristaux de soude.
Salpêtre brut et raffiné. Sel brut et raffiné.

Raffinerie de salpêtre (De Koninck), à Dieghem-lez-Bruxelles.

Salpêtre raffiné. Sel brut et raffiné.

Fabrique de produits chimiques, à Leupegem.

Salpêtre raffiné. Sel brut.

Société anonyme Cooppal et Cie, à Wetteren.

Salpêtre raffiné.

Société « La Forcite », fabrique de dynamite, à Baelen.

Nitrate d'ammoniaque.

Edmond Vyncke (Saline gantoise), à Gand.

Sel raffiné en écailles, gros, moyen, fin; sel spécial de table.

F. Schram et frères, à Bruges.

Sel raffiné.

Stas frères et Vande Velde (Salines réunies), à Rupelmonde.

Sel raffiné.

A. Scheltjens-De Kerf (Salines des Flandres), à Steendorp.

Sel raffiné.

Vertongen frères, à Hamme.

Sel raffiné.

Vve Van Garsse-Pauwels, à Hamme.

Sel raffiné.

H. Cool Van Der Taelen, à Willebroeck-lez-Bruxelles.

Sel raffiné.

Vve Vertongen, à Moerzeke.
Sel raffiné.

L. Pirenne-Couvreur, à Huy.
Sel raffiné.

Camille Ente, à Roulers.
Sel raffiné.

Cardinal fils, à Ypres.
Sel raffiné.

Émile Gantois, à Poperinghe.
Sel raffiné.

Feys, à Rousbrugge.
Sel raffiné.

F. De Wachter, à Eykevliet.
Sel raffiné.

Isidore Marneffe, à Puers.
Sel raffiné.

F. Ceulemans, à Eykevliet.
Sel raffiné.

Maes-Marneffe, à Eykevliet.
Sel raffiné.

Vve De Wachter, à Puers.
Sel raffiné.

Th. De Bus-De Coninck, à Lokeren.
Sel raffiné.

Th. De Bruycker, à Selzaete.
Sel raffiné.

A. De Bruycker, à Meerendré.
Sel raffiné.

E. De Bruycker, à Aeltre.
Sel raffiné.

D. Goethals, à Eecloo.
Sel raffiné.

Lootvoet, à Beveren.
Sel raffiné.

Vanden Abeele, à Lokeren.
Sel raffiné.

Soetens, à Ninove.
Sel raffiné.

De Clercq-De Coen, à Ninove.
Sel raffiné.

B. Braeckman-Vandenplas, à Mont-Saint-Amand-lez-Gand.
Sel raffiné.

H. Van Crombrugge-Bourdeaux, à Renaix.
Sel raffiné.

C. Beesau-Brongniart, à Ypres.
Sel raffiné.

Van Hoeck-Goffa, à Tamise.
Sel raffiné.

De Zuttere Hofman, à Courtrai.
Sel raffiné.

Calewaert, à Courtrai.
Sel raffiné.

Charles Vandaele, à Menin.
Sel raffiné.

Jos. Cools, à Lierre.
Sel raffiné.

Willems-Vincent, à Hasselt.
Sel raffiné.

F. Vanden Bossche, à Duffel.
Sel raffiné.

De Weerdt frère et sœur, à Courtrai.
Sel raffiné.

Ch. De Backer-Ryffranck, à Deynze.
Sel raffiné.

TROISIÈME PARTIE

PRODUITS DE NATURE MINÉRALE AUTRES QUE CEUX DES DEUX PREMIERS GROUPES.

Renseignements généraux.

Nous rangeons dans ce troisième groupe :

I. L'alumine et les composés d'alumine : sulfate d'alumine, alun de potasse, aluminate de baryum, chlorure et fluorure d'alumine; enfin, l'acide fluorhydrique, dont la préparation préalable est nécessaire pour l'obtention de certains de ces produits.

II. L'acide phosphorique et les corps qui en dérivent : superphosphates doubles de chaux, phosphates d'ammoniaque, de soude et de potasse, phosphore, phosphure de cuivre.

III. Les couleurs minérales : céruse, minium et massicot, blanc de zinc, litopone, bleu d'outremer, couleurs à base d'oxyde de fer, couleurs diverses.

IV. Les corps gazeux comprimés : oxygène et hydrogène comprimés, anhydride sulfureux liquide, acide carbonique liquide, ammoniaque anhydre.

Ces composés, qui se présentent à l'état gazeux dans les conditions habituelles de température et de pression, sont livrés au commerce à un degré de compression plus ou moins considérable, suffisant, dans la plupart des cas, pour amener la liquéfaction. Cette particularité, essentielle au point de vue de leurs applications, rapproche ces différentes substances par certaines analogies de fabrication; elle les différencie nettement des autres produits chimiques par la forme toute spéciale sous laquelle elles sont offertes à la consommation et utilisées dans l'industrie.

V. Des produits divers : soufre raffiné, sulfate de baryte, borate de soude et acide borique, silicates de soude et de potasse.

Au total, le nombre d'ouvriers, hommes et femmes, qui trouvent du travail dans les 51 usines qui forment ce groupe d'industries est d'environ 1,750. Quant à l'ensemble des machines à vapeur qui y sont en activité, il représente une force globale approximative de 3,450 chevaux. Il est à remarquer que la surface de chauffe des générateurs est supérieure à celle qui correspond à cette puissance motrice, la vapeur étant utilisée dans certaines fabrications pour le chauffage des solutions.

Aucune remarque générale n'est à faire au sujet de la répartition géographique de ces diverses industries, qui, pour la plupart, sont de petite envergure.

Toutefois une dizaine de ces établissements peuvent être, à juste titre, rangés dans la grande industrie chimique, eu égard au chiffre assez élevé de leur

personnel (qui comporte de 75 à 200 ouvriers), à l'importance de l'installation et à la complication de l'outillage; ces usines utilisent une force motrice variant de 50 à 350 chevaux.

Les salaires ne sont pas différents de ceux que nous avons signalés dans les industries précédentes.

Notons que, dans certaines spécialités, telles que la fabrication du bleu d'outremer et celle du borax, le travail des femmes est mis à contribution, notamment dans les opérations nécessitées par l'empaquetage des produits.

I. — ALUMINE ET COMPOSÉS D'ALUMINE.

1° Alumine et sulfate d'alumine.

MATIÈRES PREMIÈRES.

L'alumine est fabriquée en Belgique par les procédés Peniakoff, par lesquels on obtient en même temps l'alumine et le carbonate de soude.

Les matières premières employées sont la bauxite et le sulfate de soude.

La bauxite est un minerai provenant du département du Var, en France, dont le prix à l'usine est de 27 à 30 francs la tonne, suivant le fret. Il contient en moyenne 60 p. c. d'alumine anhydre, 20 p. c. d'oxyde de fer, 2 à 3 p. c. de silice et 15 à 20 p. c. d'eau de combinaison.

Le sulfate de soude est acheté dans le pays.

FABRICATION.

Alumine.

On mélange les deux matières premières en y ajoutant un peu de charbon et on les traite dans un four chauffé au gaz.

Le sulfate de soude est réduit en soude caustique,



Fig. 37. — Fabrique d'alumine et de sulfate d'alumine.

tandis qu'il se dégage de l'anhydride sulfureux et de l'acide carbonique. La soude caustique se combine avec l'alumine de la bauxite et l'on obtient de l'aluminate de soude soluble.

On soumet la masse à un lessivage et on passe le résidu au filtre-presse.

La solution pure d'aluminate de soude est décomposée par un courant d'acide carbonique produit par un four à chaux. Les carbonateurs, sorte de vases

cylindriques, sont disposés en une batterie de trois et parcourus successivement par le gaz carbonique. Il se forme de l'hydrate d'alumine qui se précipite et du carbonate de soude qui reste en solution. Cette opération est assez délicate. Il faut conserver une température convenable. Un excès d'acide carbonique provoquerait la formation de bicarbonate de soude qui, étant moins soluble, pourrait se précipiter en même temps que l'alumine.

L'acide carbonique nécessaire à la carbonatation est obtenu par la calcination du calcaire. Les gaz recueillis en haut du gueulard du four à chaud passent d'abord dans une colonne où ils traversent un courant d'eau, barbotent dans un réservoir contenant de l'eau et se rendent enfin aux carbonateurs après s'être dépouillés des vapeurs aqueuses dans un appareil de réfrigération.

L'hydrate d'alumine, séparée de la solution de soude au moyen de filtres-presses, est desséchée à 100° dans une cuve à agitateur; on obtient ainsi l'alumine hydratée qui est livrée au commerce sous forme de poudre blanche.

Si l'on veut avoir de l'alumine anhydre, il suffit de calciner l'alumine hydratée dans un four à mouffle.

Régénération du sulfate de soude. — Le sulfate de soude peut être régénéré complètement en appliquant le procédé Hargreaves et Robinson, pratiqué par certaines usines en Allemagne et en Angleterre. Ce procédé consiste à faire réagir, à la température de 450° environ, sur du chlorure de sodium, les gaz sortant

des fours où l'on traite la bauxite. Ceux-ci, outre de l'anhydride sulfureux, contiennent de la vapeur d'eau et de l'oxygène provenant de l'air introduit par le foyer; ils renferment donc tous les éléments nécessaires à la formation de l'acide sulfurique et l'on obtient de l'acide chlorhydrique et du sulfate de soude.

Ce procédé a reçu un commencement d'application à l'usine de la Société anonyme filiale belge-néerlandaise d'aluminium.

Sous-produits. — Le résidu de bauxite, séparé de la solution d'aluminate de soude, contient, à l'état sec, 6 p. c. de fer; il peut servir à l'épuration du gaz d'éclairage.

La solution de carbonate de soude, dont la densité est de 18 à 28° B, est, après décantation, concentrée dans un triple effet jusque 35 à 36° B, elle va ensuite aux cristallisoirs pour être transformée en cristaux de soude.

La solution de carbonate de soude peut également servir à la fabrication de lessives de soude caustique. A cet effet, on l'étend d'eau jusqu'à 10 à 12° B, puis on la caustifie à l'aide de chaux; la solution de soude caustique passe ensuite au triple effet où elle est plus ou moins concentrée suivant le degré que l'on veut obtenir pour les lessives.

Sulfate d'alumine.

Le sulfate d'alumine se prépare en faisant agir de l'acide sulfurique à 60° sur l'alumine hydratée. On

obtient du sulfate d'alumine plus ou moins concentré, suivant que l'on pousse plus ou moins loin l'évaporation de l'hydrate d'alumine.

Le sulfate d'alumine produit à chaud à l'état sirupeux est coulé en plaques; il solidifie par refroidissement.

Production. — Commerce.

L'usine de la Société anonyme filiale belge-néerlandaise d'aluminium, établie à Selzaete, s'occupe spécialement de la fabrication du sulfate d'alumine. Avec un personnel de 135 ouvriers et une force motrice de 100 chevaux, elle a atteint, en 1903, une production totale de 12,760 tonnes, dont 9,000 tonnes sont représentées par du sulfate d'alumine et le reste principalement par des cristaux de soude et une quantité moins importante d'autres produits, tels que : alumine, sels divers d'aluminium, etc.

Le sulfate d'alumine est un produit pur, qui tend de plus en plus à remplacer l'alun dans ses applications industrielles. On l'ajoute à la résine pour le collage du papier; il est beaucoup utilisé dans la teinture du coton, où il sert comme mordant dans la fabrication du rouge d'Andrinople.

C'est surtout un produit d'exportation. Les neuf dixièmes de la production sont expédiés à l'étranger, dans certains pays d'Europe (Angleterre, Suède, Norwège, Finlande), dans l'Amérique du Sud, dans les contrées d'Orient et d'Extrême-Orient. On l'emballe en sacs de 100 kilogrammes pour l'intérieur et en tonneaux de 250 à 300 kilogrammes pour l'exportation.

Son prix varie de 8 à 10 francs les 100 kilogrammes, emballage perdu, suivant la teneur en sulfate anhydre qui va de 50 à 70 p. c.

Quant à l'alumine, on l'emploie surtout dans la teinture et dans l'industrie de la soie; elle sert aussi à fabriquer les sels d'aluminium.

Sa valeur est de 25 francs les 100 kilogrammes pour l'alumine hydratée et de 40 francs pour l'alumine anhydre.

2° Alun de potasse.

Fabrication.

L'alun, ou sulfate double d'alumine et de potasse, est fabriqué en Belgique par deux procédés :

a) Au moyen des schistes alunifères;

b) Au moyen de l'alunite de Tolfa.

A. — Emploi des schistes alunifères.

Fabrication.

Ce procédé est pratiqué à Ampsin, sur les bords de la Meuse, où il existe de grands dépôts de schistes alunifères. Ces schistes, ayant contenu de l'ampélite, sont imprégnés de pyrite et renferment de l'alumine et des roches potassiques en certaine proportion. Ils ont été traités autrefois d'une façon imparfaite pour la fabrication de l'alun et sont incomplètement épuisés.

Les gaz sulfureux provenant du grillage de blendes

2° Lessivage de la matière dans des chaudières en plomb chauffées par la vapeur et décantation;

3° Concentration de la solution jusqu'à 40° B et addition de sulfate ou de chlorure de potassium;

4° Cristallisation troublée, filtration lavage;

5° Dissolution des cristaux et seconde cristallisation par refroidissement, ce qui donne l'alun pur.

PRODUCTION. — COMMERCE.

Deux usines s'occupent de la fabrication de l'alun de potasse. Leur production annuelle s'élève à environ 1,800 tonnes, dont plus des neuf dixièmes sont exportés principalement en Orient et dans les Indes néerlaudaises.

Le produit est expédié soit en vrac, soit en sacs de 100 kilogrammes, soit en barriques de 60 et de 200 kilogrammes.

Sa valeur moyenne est de 11 à 12 francs les 100 kilogrammes.

L'alun possède des propriétés antiseptiques et astringentes qui sont utilisées non seulement en droguerie, mais encore dans certaines industries, telles que : la papeterie, la teinturerie, etc.

L'industrie belge de l'alun a beaucoup à lutter sur les marchés étrangers avec les produits similaires fabriqués en Angleterre; ainsi que nous l'avons dit précédemment, elle rencontre un concurrent redoutable dans le sulfate d'alumine, dont l'usage se répand de plus en plus. Il en résulte que l'écoulement de

l'alun devient difficile et le prix obtenu de moins en moins rémunérateur.

3° Composés divers d'alumine.

On fabrique également en Belgique de petites quantités d'aluminate de baryum, de chlorure et de fluorure d'aluminium et de fluorure double d'aluminium et de sodium, ces deux derniers sels comportant la fabrication préalable de l'acide fluorhydrique.

Aluminate de baryum.

Pour préparer l'aluminate de baryum, on remplace le sulfate de soude par le sulfate de baryte, dans le traitement au four de la bauxite tel que nous l'avons exposé à propos de la fabrication de l'alumine. Le sulfate de baryte provient des exploitations de Fleurus; il revient à 30 francs la tonne à l'usine.

Au lieu de l'aluminate de soude, on obtient ainsi l'aluminate de baryum brut. Comme celui-ci est peu soluble, la lixiviation fournit des solutions très faibles, dont la concentration serait coûteuse. D'autre part, l'aluminate de baryum est instable; il absorbe facilement l'acide carbonique de l'air et se transforme en carbonate.

On tourne la difficulté en décomposant d'un coup la lessive par de l'acide carbonique, ce qui donne comme précipité un mélange intime, moléculaire, d'alumine et de carbonate de baryum, dans les proportions exactement requises pour former l'alumi-

nate de baryum. Après filtration on traite ce mélange au four; à la chaleur rouge, l'acide carbonique se dégage du carbonate et l'on obtient l'aluminate de baryum anhydre, à un degré de pureté allant de 90 à 95 p. c.

Ce sel, qui est très caustique, doit naturellement être conservé à l'abri de l'air; aussi l'expédie-t-on dans des fûts en fer, bien fermés, d'une contenance de 100 à 150 kilogrammes.

Ce produit, dont la valeur est de 60 francs les 100 kilogrammes, trouve un débouché important dans la fabrication du papier et est expédié au loin. Une autre de ses applications est l'épuration des eaux industrielles, en vertu de sa propriété de précipiter le calcaire et la magnésie à froid.

Chlorure d'aluminium.

Ce sel est préparé par l'action de l'acide chlorhydrique sur l'alumine hydratée. Il est obtenu à l'état liquide et est expédié en touries. Sa valeur est de 80 à 90 francs les 100 kilogrammes, suivant densité.

Le chlorure d'aluminium est employé pour la carbonisation de la laine en tissus; on l'utilise en teinture comme mordant.

Fluorure d'aluminium.

Il est fabriqué synthétiquement par l'action de l'acide fluorhydrique sur l'alumine. La solution de fluorure obtenue est concentrée, évaporée et calcinée.

Ce produit sert principalement dans le traitement métallurgique électrochimique de l'aluminium; l'alumine ne se dissout que sous son influence. Sa valeur est de 80 à 90 francs les 100 kilogrammes.

Fluorure double de soude et d'alumine.

Ce composé est préparé en faisant réagir de l'acide fluorhydrique sur un mélange de soude et d'alumine. Il est livré au commerce sous le nom de *cryolithe artificielle*, *opaline;* on l'emploie pour l'émaillage blanc des ustensiles en fer et des globes en verre. La matière, en poudre, s'expédie en fûts pétroliers de 250 kilogrammes; elle vaut de 70 à 80 francs les 100 kilogrammes.

Acide fluorhydrique.

L'acide fluorhydrique nécessaire à l'obtention des deux produits précédents est produit par les usines elles-mêmes. L'une d'elles le prépare pour la vente d'après le procédé Heins, par l'action de l'acide sulfurique à 66° B. sur le spath-fluor.

On mélange ces deux corps et, après malaxage, on presse la masse pour en extraire l'excès d'humidité. On opère ensuite la dessiccation jusqu'à 300 degrés au maximum, dans un four à moufle.

La matière est déposée dans une série de bacs peu profonds reposant l'un sur l'autre par l'intermédiaire de pieds; l'ensemble est porté par un chariot que l'on introduit dans le four.

L'acide fluorhydrique qui se dégage s'échappe par une ouverture, arrive dans un réfrigérant, puis traverse trois condenseurs contenant de l'eau et dont le dernier est en forme de tour. Les vapeurs acides non absorbées retournent au premier condenseur.

L'acide fluorhydrique fabriqué annuellement par ce procédé peut atteindre 75,000 kilogrammes environ par an. Il est utilisé principalement pour la gravure sur verre; sa teneur en acide va de 50 à 70 p. c. Son prix varie, suivant richesse, de 60 à 70 francs les 100 kilogrammes.

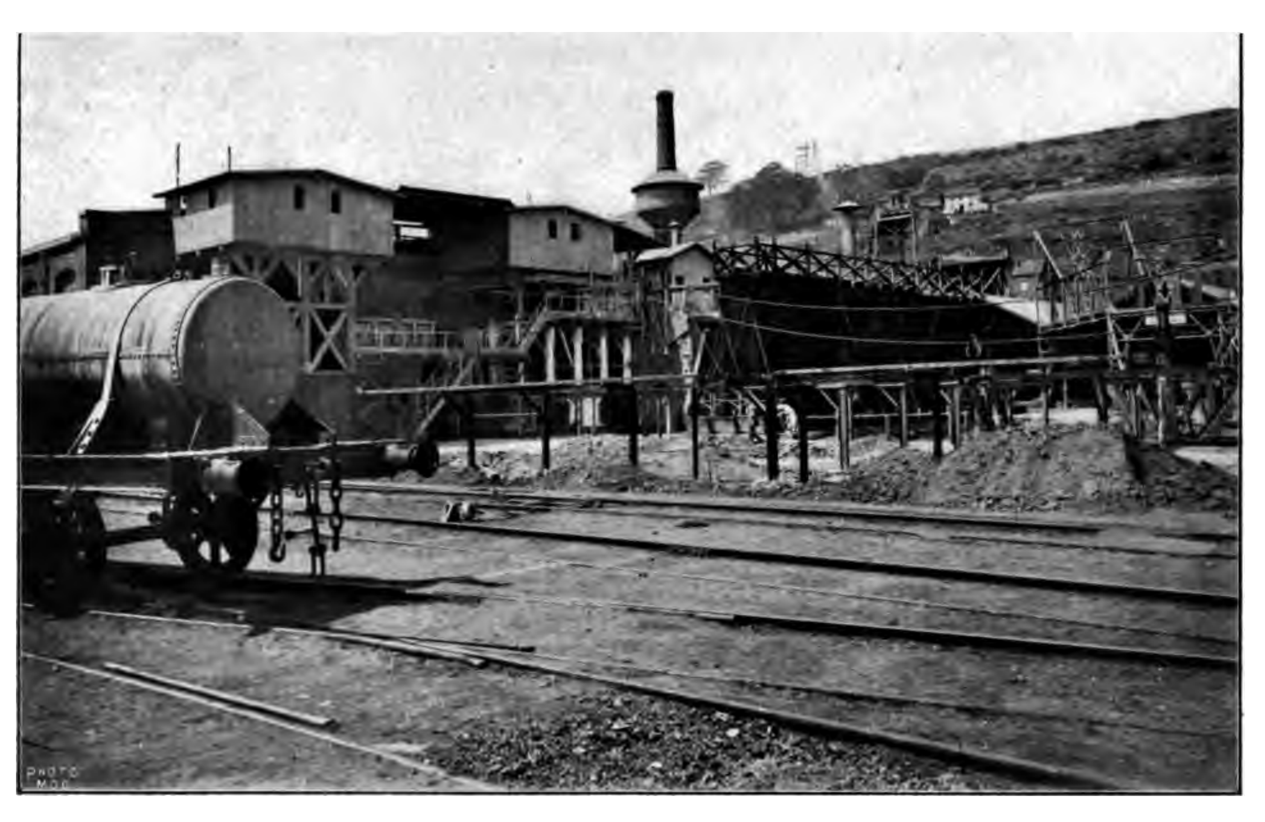
L'emballage de ce produit est tout particulier; on le transporte dans des touries cylindriques en plomb, exactement emboîtées dans des tonneaux en bois, laissant dépasser seulement le goulot; celui-ci est fermé par une rondelle fixée à l'aide de trois boulons. La capacité de ces récipients varie de 40 à 90 kilogrammes.

II. — ACIDE PHOSPHORIQUE ET CORPS QUI EN DÉRIVENT.

1° Acide phosphorique.

FABRICATION.

En Belgique l'acide phosphorique est exclusivement fabriqué au moyen des phosphates naturels. On utilise dans ce but les phosphates riches de la Floride, mais surtout des phosphates belges trop pauvres pour être employés pour la fabrication des superphosphates.



Fabrication d'engrais concentrés, à Engis.

On traite ces phosphates, préalablement réduits en poudre fine, par de l'acide sulfurique. On obtient, d'une part, une solution d'acide phosphorique dilué et, d'autre part, un précipité de sulfate de calcium, mélangé avec les matières siliceuses qui accompagnaient le minerai.

La réaction s'effectue dans de grandes cuves munies d'agitateurs. Lorsqu'elle est accomplie, la masse passe dans des filtres-presses à plateaux dans lesquels la solution d'acide phosphorique se sépare de la partie insoluble, le sulfate de calcium; celui-ci est, après lavage, séché sur un séchoir à taques.

Ce sous-produit est vendu pour l'amendement des terres, sous le nom de *plâtre phosphaté;* il contient environ 60 p. c. de sulfate de calcium; sa teneur en acide phosphorique peut aller jusque 2 p. c. Sa valeur ne dépasse pas 10 francs la tonne.

Quant à la solution d'acide phosphorique, elle est concentrée dans de grands fours. En poussant plus ou moins loin la concentration, on obtient soit de l'acide phosphorique liquide (40 à 45 p. c.), pâteux (46 à 48 p. c.), ou solide (50 à 52 p. c.). L'acide phosphorique concentré a une densité de 53 à 56° B ou 1,600 environ.

Production. — Commerce.

L'acide phosphorique est fabriqué en partie pour être vendu comme tel, mais surtout pour la fabrication des *superphosphates doubles* (engrais concentrés), Il sert également à la préparation des phosphates alcalins, ainsi qu'à l'extraction du phosphore.

Il est très difficile d'estimer la quantité d'acide phosphorique produit annuellement en Belgique, car cet acide est surtout employé à la fabrication des phosphates alcalins et des superphosphates doubles.

Le produit est fourni au commerce sous les trois états; sous forme liquide, il n'est expédié que par chemin de fer, vu qu'on ne l'accepte que difficilement sur les bateaux. Sous forme solide, il est expédié aux colonies, où il sert spécialement à la défécation du jus de sucrerie. Il est généralement emballé en fûts pétroliers de 300 kilogrammes ou en touries.

Quant à la valeur, celle-ci dépend de la qualité, de la concentration et de l'emballage. En moyenne, le prix est calculé à raison de 70 centimes par unité d'acide phosphorique pour le produit liquide et de 1 franc pour le produit solide.

2° Superphosphates doubles.

Fabrication.

Les superphosphates doubles ou à forte teneur en acide phosphorique sont préparés en traitant des phosphates naturels par une dose convenable d'acide phosphorique. Cette opération a pour effet de transformer le phosphate tricalcique en phosphate acide monocalcique, soluble dans l'eau et facilement assimilable par la plante.

On utilise les phosphates bas titre de 40 à 50 p. c. contenant 13 à 18 p. c. d'acide phosphorique. Ces phosphates sont séchés, broyés, puis traités par l'acide sulfurique ainsi que nous l'avons expliqué.

La solution phosphorique à 12 ou 15° p. c , que l'on obtient, est concentrée jusqu'à une teneur de 50 p. c.; puis on y ajoute, en proportion convenable, du phosphate haut titre. Le malaxage des deux substances s'opère dans des cuves en maçonnerie; un contact de vingt minutes est nécessaire pour obtenir une réaction complète.

On obtient ainsi le superphosphate double, qui est séché, pulvérisé, tamisé et mis en sacs. Les appareils de séchage sont les mêmes que ceux employés pour les superphosphates simples, mais il faut ici un séchage très énergique.

Production. — Commerce.

Les superphosphates doubles sont livrés au commerce à divers titres. Les deux qualités les plus courantes sont :

1° Le *superphosphate concentré n° I* a 42 à 50 p. c. d'acide phosphorique (dont les neuf dixièmes solubles dans l'eau). Son action sur la plante est rapide; il ne contient que de faibles quantités de matières étrangères (sulfate de calcium, acide sulfurique, chlore, etc.). Cette qualité, vu sa grande richesse en principe fertilisant, convient particulièrement pour l'exportation dans les pays lointains;

2° Le *superphosphate n° II*, titrant 35 à 40 p. c. d'acide phosphorique dont les trois quarts, environ, solubles dans l'eau ; ce produit est appliqué directement aux cultures ou employé pour des mélanges

d'engrais et pour augmenter le titre des superphosphates bas titre.

Les superphosphates doubles se vendent en raison de leur richesse en acide phosphorique, mais, naturellement, à un taux supérieur à celui adopté pour les superphosphates simples.

Nous évaluons à 10 ou 15,000 tonnes la quantité totale de superphosphates doubles produits annuellement en Belgique. Plusieurs usines s'occupent de la fabrication de ces engrais à haute teneur; mais la presque totalité de la production provient d'un vaste établissement, situé non loin de Liége et qui est spécialement outillé en vue de cette industrie.

3° Phosphates alcalins.

Les phosphates alcalins fabriqués dans les mêmes usines sont obtenus par l'action de l'acide phosphorique sur la potasse, l'ammoniaque et la soude.

Phosphate de potasse.

Ce sel est un engrais phosphaté et potassique contenant 38 p. c. d'acide phosphorique et 26 p. c. de potasse; ces deux éléments fertilisants se trouvent dans ce composé sous une forme soluble et directement assimilable par la plante.

En raison de son prix élevé, le phosphate de potasse a une production fort limitée et ne se fabrique guère que sur commande.

Phosphate d'ammoniaque.

Cet engrais phosphaté et azoté est fourni généralement à deux degrés de concentration :

1° Le phosphate *concentré* pour l'horticulture et pour l'exportation.

La teneur en acide phosphorique est de 60 p. c.; celle en azote est de 15 p. c. Prix : 75 francs les 100 kilogrammes;

2° Le phosphate *ordinaire*, pour l'agriculture en général.

Les teneurs sont de 30 p. c. en acide phosphorique et de 5 à 6 p. c. en azote. La valeur dépend du prix de l'azote des engrais, qui est en moyenne de 1 fr. 50 c.

La production totale de phosphate d'ammoniaque est d'environ 750 tonnes par an.

Phosphate de soude.

Ce sel, préparé industriellement pur, est surtout utilisé pour la teinture de la soie et l'impression sur coton; on s'en sert également dans les cristalleries.

La production annuelle est d'environ 3,000 tonnes, qui sont entièrement exportées, principalement en Allemagne. Ce produit s'expédie en tonneaux de bois de 400 à 450 kilogrammes; sa valeur est de 16 à 18 francs les 100 kilogrammes.

On fabrique aussi, en petite quantité, et exclusivement pour l'exportation, du *phosphate de soude triba-*

sique, qui est employé comme désincrustant; son prix est de 25 francs les 100 kilogrammes.

Sous-produits.

La préparation des sels précédents donne comme sous-produit du *phosphate précipité bicalcique*, contenant 30 à 35 p. c. d'acide phosphorique assimilable (soluble dans le citrate d'ammoniaque). C'est un engrais concentré, mais qui présente la particularité d'être très léger. On en produit environ 800 tonnes par an, qui sont vendues à l'étranger à raison de 33 à 34 centimes l'unité d'acide phosphorique.

4° Phosphore et phosphure de cuivre.

Phosphore.

Le phosphore est obtenu par la distillation de l'acide phosphorique dans une cornue. On fabrique ainsi le phosphore *blanc;* quant au phosphore *amorphe* ou *rouge*, on le prépare en chauffant le phosphore ordinaire à 250° à l'abri de l'air et de l'eau.

On estime que la consommation de phosphore dans le monde entier ne s'élève pas à plus de 500,000 à 600,000 kilogrammes par an. La fabrication se trouve répartie entre sept à huit grands établissements situés en France, en Allemagne, en Angleterre et aux États-Unis. On conçoit que la production de la fabrique installée en Belgique ne soit pas considérable. Toutefois, elle livre régulièrement le phosphore

nécessaire à la consommation du pays et en vend également une certaine quantité à l'étranger (Chine, Japon).

Le phosphore blanc est expédié en boîtes de fer-blanc soudées sous l'eau, du poids de 25 kilogrammes; le phosphore amorphe s'emballe en boîtes de fer-blanc de 5 kilogrammes.

Les prix sont de 4 francs le kilogramme pour le phosphore blanc et de 5 à 6 francs pour le phosphore amorphe.

La principale application du phosphore réside dans la fabrication des allumettes. Il sert également à la préparation des produits de laboratoires, tels que les hypophosphites, etc.

Phosphure de cuivre.

On fabrique en Belgique une certaine quantité (environ 25,000 kilogrammes par an) de phosphure de cuivre en faisant réagir dans des appareils spéciaux du phosphore sur des déchets de cuivre.

Ce produit est employé pour la fabrication du bronze phosphoreux; il titre 7, 9, 10, et plus communément 15 p. c. de phosphore. Cette dernière qualité vaut actuellement de 2 francs à 2 fr. 25 c. le kilogramme. Son prix suit d'ailleurs les fluctuations de celui du cuivre.

Le phosphure de cuivre est exclusivement consommé dans le pays.

III. — COULEURS MINÉRALES.

1° Céruse.

MATIÈRES PREMIÈRES.

La céruse, ou carbonate de plomb, est exclusivement fabriquée en Belgique suivant la *méthode hollandaise*. Ce procédé consiste à attaquer le plomb par les vapeurs d'acide acétique dans une atmosphère d'acide carbonique dégagé par le fumier en fermentation.

Plomb. — Le plomb brut est acheté en saumons et vient généralement de l'usine de désargentation de Hoboken; sa valeur est actuellement de 31 francs les 100 kilogrammes.

Fumier. — Le fumier, dont il est fait une consommation considérable dans cette industrie, est le fumier de cheval provenant des écuries militaires et privées. On en importe de grandes quantités des villes du nord de la France. Ce fumier est généralement vendu à 70 centimes les 100 kilogrammes ou bien fait l'objet d'adjudications publiques au prix moyen de 6 centimes par cheval et par jour.

Le fumier, après avoir servi, est revendu aux cultivateurs et vaut de 1 fr. 25 c. à 1 fr. 75 c. le mètre cube, soit environ 600 kilogrammes. Dans les environs des grandes villes, cet engrais est très recherché par les maraîchers, parce que les mauvaises graines qu'il contenait ont été détruites par la chaleur provoquée



Fabrication de la céruse. — Salle de mouture.

Cliché de l'Inspection du Travail.

par la fermentation. A Bruxelles, on le paie jusque 5 francs la tonne.

Certaines usines importantes, pour s'assurer le ravitaillement de fumier, fournissent aux écuries particulières la litière (paille ou tourbe) moyennant une faible rétribution et prennent ensuite livraison du fumier.

Acide acétique. — L'acide acétique est fourni par les usines du pays, notamment par une importante fabrique de Gand.

La consommation de cet acide représente 2 à 3 p. c. du poids du plomb; on emploie habituellement pour 2,000 kilogrammes de plomb, 50 kilogrammes d'acide que l'on dilue dans 1,000 litres d'eau.

Bois. — Pour les planches nécessaires aux séparations des loges, on employait autrefois le peuplier; ce bois se consommait assez vite. On fait maintenant usage du pitchpin de la Virginie, bois résineux qui résiste beaucoup mieux aux vapeurs d'acide acétique; ces planches, à raison de 6 francs pièce, représentent un capital assez important.

Fabrication.

La fabrication comporte les différentes opérations suivantes :

Fusion du plomb et coulage en gaufres ou en lamelles;

Carbonatation du plomb dans les loges;

Décapage des gaufres ou des lamelles couvertes de céruse;

Mouture de la céruse;

Séchage;

Pulvérisation.

Lorsque la céruse est livrée sous forme de couleur propre à être directement employée, il y a, en outre, le broyage de la poudre avec l'huile.

Fusion et coulage du plomb.

La fusion s'opère dans une cuvette en fonte recouverte d'un capuchon ayant pour but de garantir les ouvriers contre les projections occasionnées par la volatilisation subite de l'eau qui pourrait se trouver emprisonnée dans les lingots.

Aussitôt fondu, le plomb est coulé en plaques ajourées en forme de gaufres, dans un moule double basculant, ou bien dans un moule circulaire fournissant une bande continue qui se découpe ensuite en tronçons d'égale longueur. Dans certaines usines, on coule encore le plomb en lames minces unies, suivant l'ancien système hollandais.

Carbonatation.

La transformation du plomb en carbonate se fait dans des loges en maçonneries d'une hauteur de 4m50 environ. On dispose d'abord sur le sol, préalablement battu, un lit de fumier de 30 centimètres, et par-des-

sus on range une série de pots en terre cuite vernissée à l'intérieur et renfermant une certaine quantité d'acide acétique dilué à 40 ou 42° B. Sur ces pots, on place les gaufres de plomb. On recouvre le tout d'un plancher sommaire, en ménageant un certain vide au-dessus du plomb; puis, sur le plancher, on refait une installation identique à la première. Une loge peut ainsi contenir sept étages de pots comprenant 30,000 à 35,000 kilogrammes de plomb.

Lorsque l'on fait usage de lames unies, elles sont enroulées et reposent sur de petites consoles ménagées à l'intérieur des pots à une certaine hauteur.

Le plomb séjourne dans les loges un mois et demi à deux mois, après quoi on le retire pour en détacher la céruse qui s'est formée à la surface.

Décapage.

Le décapage consiste à séparer les croûtes de céruse de la carcasse des gaufres.

Autrefois, cette opération se pratiquait à la main à l'aide d'un maillet; ce mode de travail, très insalubre est aujourd'hui abandonné. Dans beaucoup d'usines, on emploie une machine composée de deux paires de cylindres superposés, présentant des cannelures en sens contraires, transversales pour les cylindres supérieurs, longitudinales pour les cylindres inférieurs. L'écartement des cylindres est maintenu au moyen de ressorts.

Il existe des appareils de décapage plus perfectionnés et garantissant mieux les ouvriers de la poussière

dégagée pendant l'opération. Dans ces machines, qui sont hermétiquement fermées, le plomb décapé tombe d'un côté, tandis que la céruse, passant au travers d'une grille, est emportée par une nappe d'eau courante, qui entraîne les parties les plus légères. Cette eau passe ensuite sur un tamis retenant les mousses et les particules de fumier qui accompagnent la céruse. Quant aux morceaux de céruse qui, avec les petits plombs, n'ont pas traversé la grille et constituent le refus du décapeur, ils sont conduits dans un séparateur formé d'un tambour extérieur animé d'un mouvement de rotation très lent, à l'intérieur duquel une armature avec bras tourne en sens contraire avec une vitesse dix fois plus grande.

Dans les établissements bien organisés, les poussières qui se dégagent lors du décapage sont aspirées et traversent une chambre à poussière comportant une série de chicanes formées par des cadres verticaux en feutre. De là, le courant se rend dans une cheminée à la base de laquelle se trouve un bac rempli d'eau chauffée par un serpentin. La vapeur qui s'en échappe continuellement abat les poussières qui ne se seraient pas déposées dans les chicanes. Par surcroît de précaution, la cheminée se termine par une chambre circulaire plus large, garnie également de feutre sur son pourtour intérieur.

Les gaufres, après décapage, peuvent encore être utilisées dans les loges, jusqu'à ce que le plomb soit à peu près complètement consommé.

Mouture.

La céruse mélangée à l'eau passe à la mouture. Celle-ci s'effectue dans une série de cinq étages de meules horizontales, la pâte coulant successivement de l'une à l'autre. Quelques fabricants préfèrent la disposition des meules sur un seul et même plan, alléguant que, dans le système en cascade, il peut passer de la céruse imparfaitement broyée.

Séchage.

La céruse mouillée, sortant des meules, doit être séchée. A cet effet, la pâte est mise dans des écuelles en terre que l'on charge sur des wagonnets à étages; ceux-ci sont introduits dans des étuves le plus souvent chauffées à la vapeur par des tuyaux à ailettes.

Pulvérisation.

Après séchage, la céruse est pulvérisée. On déverse le contenu de chaque écuelle dans un couloir fermé qui le conduit dans un broyeur à cylindres pourvu d'un tamis. La céruse qui traverse ce dernier va remplir un sac adapté à la partie inférieure; le tassement de la matière se produit automatiquement au moyen de secousses imprimées par saccades à une taque sur laquelle se trouve placé le sac.

Toutes ces opérations s'effectuent dans un appareil hermétiquement clos, muni d'un aspirateur pour éloigner les poussières.

Broyage à l'huile.

Très souvent la céruse est fournie au commerce broyée, c'est-à-dire préparée à l'huile et prête à être utilisée comme couleur; c'est la forme la plus recommandable, comme offrant le moins de danger dans les manipulations subséquentes.

Le broyage de la céruse s'effectue toujours en deux opérations. En premier lieu se fait le mélange de l'huile et de la céruse en poudre dans un malaxeur horizontal. Au-dessus de l'appareil se trouve un réservoir d'huile jaugé, dont on règle le débit au moyen d'un levier, selon qu'on veut obtenir une pâte plus ou moins épaisse. Le mélange coule dans un bac d'où il est relevé automatiquement pour passer au laminage; la masse est écrasée entre des cylindres et tombe finalement dans un réservoir rempli d'eau. C'est de là qu'on retire la céruse broyée pour en remplir les fûts.

L'ancien système, qui consiste à exécuter le malaxage et le laminage à la main, n'est plus guère pratiqué que pour préparer les mélanges de céruse et de sulfate de baryte.

Il existe aussi une machine, de fabrication française, qui permet de broyer directement la pâte humide sans la sécher. Cet appareil est peu répandu; la séparation de l'eau se fait incomplètement et il en reste toujours 7 à 8 p. c. dans la pâte.

PRODUCTION. — COMMERCE.

La céruse en poudre s'expédie dans des barils en

bois, garnis de papier, d'une capacité variant de 30 à 500 kilogrammes.

Le prix de la céruse pure est de 10 francs supérieur à celui du plomb.

On la mélange souvent avec du sulfate de baryte, dans une proportion qui varie de 10 à 40 p. c Le sulfate de baryte employé à cet usage est de provenance belge ou allemande et vaut 8 francs les 100 kilogrammes rendus.

Pour fixer le prix de ces qualités, le système le plus juste consiste à compter séparément le sulfate de baryte; on prend pour base 10 à 12 francs les 100 kilogrammes.

On ajoute souvent à la céruse, avant la mouture, une petite quantité de bleu d'outremer pour augmenter sa blancheur.

La céruse broyée pèse environ 4 kilogrammes par litre. Elle s'expédie dans des barils en bois *reliés en plein*, c'est-à-dire garnis de cercles sur toute leur hauteur, sauf vers la partie centrale. Ces barils renferment de 125 à 200 kilogrammes.

La céruse broyée se transporte également en tambours en fer galvanisé de 200 kilogrammes et en petits bidons de 10 à 50 kilogrammes.

Le prix de la céruse broyée est généralement de 5 francs supérieur à celui de la céruse en poudre.

On compte actuellement, en Belgique, sept fabriques de céruse, dont plusieurs sont pourvues d'appareils perfectionnés. La plupart de ces usines sont situées dans la Flandre occidentale, notamment dans les environs de Courtrai. Leur production totale en céruse en

poudre et en céruse broyée est d'environ 15,000 tonnes par an, dont près de la moitié est fournie par une seule fabrique, établie à Anderlecht, et parfaitement outillée au point de vue hygiénique; quatre autres établissements livrent de 1,000 à 4,000 tonnes par an.

L'exportation, qui s'élève à près de 7,000 tonnes, se fait surtout vers l'Angleterre, l'Allemagne, le Canada, la République Argentine, et un peu vers la France, la Hollande, etc.

Le nombre d'ouvriers travaillant dans cette industrie — en y comprenant la fabrication du minium et du massicot, qui se pratique dans les mêmes usines — est de 391.

Les salaires, pour les travaux à la journée, varient de 2 fr. 50 c. à 3 fr. 50 c. suivant la région. Le travail des loges est presque partout payé à la pièce.

Les sept fabriques utilisent ensemble une force motrice de 440 chevaux.

Massicot et minium.

Une de nos fabriques de céruse s'occupe également de la préparation d'autres couleurs à base de plomb, le massicot, le minium et la mine orange.

Massicot.

Le massicot ou protoxyde de plomb, connu aussi commercialement sous le nom de *litharge originaire*, est obtenu en fondant les déchets de plomb provenant de la fabrication de la céruse, dans un four à réverbère

à deux foyers latéraux. Dès que le métal entre en fusion, on en remue sans cesse la surface à l'aide d'un ringard jusqu'à formation de l'oxyde.

Le massicot, retiré du four, subit deux broyages successifs au moyen de meules horizontales, suivis de lavages dans des bacs sous un courant d'eau. La masse est ensuite séchée dans un four chauffé par en dessous et en même temps on la pulvérise à l'aide du ringard.

Le massicot se met en barils de fer de 250 à 300 kilogrammes. Sa valeur est de 7 francs supérieure à celle du plomb.

Ce produit est utilisé dans la clarification des huiles pour vernis, pour former les plaques d'accumulateurs; on s'en sert aussi dans la fabrication des papiers peints.

Minium.

Le minium, ou plombate de plomb, se fabrique au moyen du massicot. On chauffe ce dernier dans le même four que précédemment, mais avec modération, de façon à éviter la fusion. La teinte jaune du massicot tourne au rouge lorsque le minium se forme. Le minium doit être tamisé à chaud.

La production annuelle est d'environ 1,500 tonnes, dont la moitié est exportée en France. Le prix est de 6 francs supérieur à celui du plomb.

Mine orange.

Sous ce nom, on prépare en petite quantité une couleur obtenue en calcinant, dans le même four que

le massicot, les mousses ou résidus légers obtenus au cours de la fabrication de la céruse.

Ce produit, dont la valeur est de 20 francs les 100 kilogrammes, est presque tout exporté. On l'utilise dans la fabrication des papiers peints et pour recouvrir les glaces argentées afin d'empêcher l'oxydation de la couche métallique.

2° Blanc de zinc.

Fabrication.

L'oxyde de zinc, base de la couleur connue dans le commerce sous le nom de blanc de zinc, est fabriqué en Belgique par le procédé par sublimation.

Cette méthode consiste à faire fondre le zinc et à le porter à une température de 1300°, à l'abri des fumées du foyer. Le zinc distille et, au contact d'un courant d'air, se transforme en oxyde. Ce dernier, étant très léger, s'échappe et vient se déposer dans des chambres installées à cet effet.

La fusion du métal s'effectue dans des cornues en terre réfractaire qui doivent être de très bonne qualité. Ces cornues, de section plus ou moins elliptique, ont 1 mètre de long sur 50 centimètres de largeur et 20 centimètres de hauteur. Elles sont placées inclinées, en trois rangées de trois cornues superposées, de chaque côté d'un four chauffé par un foyer central. L'air destiné à l'oxydation du métal s'échauffe en passant dans des carnaux ménagés de chaque côté du foyer et vient déboucher devant les ouvertures des

creusets, où il rencontre les vapeurs du zinc qui distille.

L'oxyde de zinc qui se forme, se rend par un couloir dans une série de vastes chambres d'abord en tôle, puis en toile, placées côte à côte sur une longueur de 32 mètres et une hauteur de 10 mètres environ. Le blanc de zinc se dépose dans ces chambres, qui forment chicanes. On le recueille en dessous par des ouvertures à glissières et on en emplit les tonneaux en tassant bien le produit.

C'est aux points les plus éloignés que l'on obtient l'oxyde le plus blanc.

Pour certaines qualités, destinées surtout aux pays du Nord, on mélange au produit un peu de bleu d'outremer (500 grammes par 1,000 kilogrammes).

Quant aux résidus retirés des creusets, ils sont traités par voie humide et fournissent un produit de qualité plus commune, connu sous le nom de *gris-pierre*.

Le broyage, ou préparation du blanc de zinc à l'huile, se fait de la même façon que pour la céruse.

Le blanc est d'abord mélangé dans un malaxeur avec de l'huile de lin ou de l'huile de pavot, provenant la première d'Angleterre, la seconde du Pas-de-Calais. La masse passe ensuite dans un broyeur perfectionné à six cylindres, d'où la couleur sort parfaitement écrasée et homogène.

Production. — Commerce.

Le blanc de zinc est exclusivement fabriqué en Bel-

gique par la Société anonyme des Mines et Usines de la Vieille-Montagne.

L'établissement confectionne lui-même les tonneaux nécessaires au transport des produits en poudre ; leur contenance va de 25 à 250 kilogrammes.

Le blanc broyé se met dans des bidons en zinc de 5 à 25 kilogrammes, dont on forme des caisses de 50 et 100 kilogrammes, ou bien en *silos*, c'est-à-dire dans des cylindres en zinc emboîtés dans des tonneaux.

Le blanc en poudre est livré au commerce en plusieurs qualités :

Le blanc neige pharmaceutique, chimiquement pur et ne contenant aucune trace d'arsenic ;

Le blanc neige ordinaire ;

Le blanc n° 1 et le blanc n° 2 (contenant de faibles quantités de plomb).

Le blanc broyé est préparé à l'huile de lin pour les qualités ordinaires et à l'huile de pavot pour la qualité supérieure.

Les prix dépendent naturellement du cours du zinc. On peut admettre, comme moyennes, les valeurs suivantes :

Neige pharmaceutique .	100	francs les	100 kilogrammes.
Neige ordinaire . . .	55 à 70	»	»
N° 1	47 à 51	»	»
N° 2	44 à 49	»	»

La production annuelle est de 6,000 à 7,000 tonnes de blanc en poudre, et de 2,000 à 3,000 tonnes de blanc broyé.

Les quatre cinquièmes de cette production sont destinés à l'exportation. La France et l'Angleterre en prennent chacune un tiers; le reste est expédié en Allemagne, en Russie, etc.

Le blanc de zinc n'est pas seulement employé en peinture. Il est également utilisé, dans la fabrication du caoutchouc, du carton-pierre, des émaux, et il intervient dans diverses autres industries, telles que le blanchiment des dentelles, l'impression sur étoffes, la saponification des huiles, l'argenture des glaces, la fabrication des toiles cirées et des cuirs vernis, etc. Avec le gris-pierre et l'oxychlorure de zinc, on forme une espèce de ciment, dont on se sert pour la réparation des vieux monuments.

Oxyde gris et poussière de zinc.

Sous le nom d'oxyde gris ou gris ardoise et de poussière de zinc, on livre au commerce des produits provenant directement de la réduction des minerais de zinc et constitué de zinc métallique en poudre mélangé à une quantité plus ou moins grande d'oxyde de zinc.

L'oxyde gris est utilisé comme couleur. Quant à la poussière de zinc, qui contient 90 p. c. de zinc métallique, elle est employée en galvanoplastie, pour recouvrir le fer d'une couche de zinc, pour désoxygéner l'indigo dans les cuves de teinturerie, pour décolorer les sirops dans les sucreries et les raffineries.

3° Litopone.

FABRICATION.

On désigne sous le nom de *litopone* ou *litophane* une couleur blanche que l'on substitue souvent à la céruse et au blanc de zinc, à cause de son maniement absolument inoffensif et de son prix peu élevé.

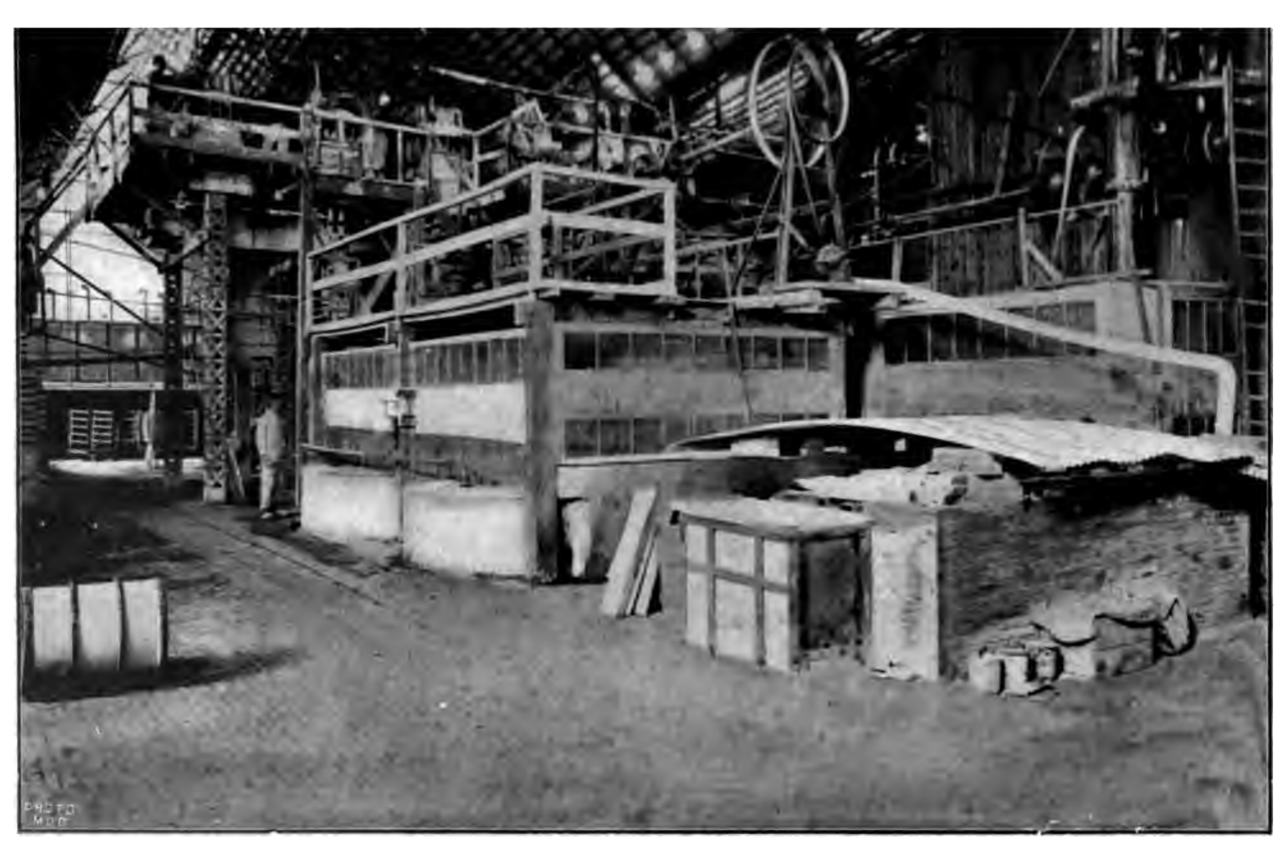
La litopone est un mélange de sulfate de baryte et de sulfure de zinc, en différentes proportions; la qualité la plus courante renferme 30 p. c. de sulfure de zinc.

La fabrication de la litopone comporte un assez grand nombre d'opérations. La principale consiste à mettre en présence du sulfure de baryum et du sulfate de zinc; ces deux corps réagissent et par double décomposition donnent du sulfure de zinc et du sulfate de baryum. Il est donc nécessaire de préparer au préalable le sulfure de baryum et le sulfate de zinc, qui constituent les matières premières de la fabrication.

Préparation du sulfure de baryum.

On prépare ce corps au moyen de sulfate de baryum de provenance belge ou allemande.

La réduction du sulfate en sulfure se fait dans un four à réverbère à deux étages. La masse extraite du four contient 70 p. c. de sulfure de baryum soluble, que l'on retire par dissolution à l'eau chaude dans un réservoir.



Fabrication de la litopone, à Wilsele.

Préparation du sulfate de zinc.

On obtient ce sel en traitant des résidus de zinc par de l'acide sulfurique dilué, dans de grandes cuves légèrement coniques, munies d'agitateurs.

Pour obtenir de la litopone bien blanche, il importe d'avoir une solution de sulfate de zinc très pure; c'est pourquoi on précipite par du chlorure de chaux le fer qu'elle pourrait contenir.

Fabrication de la litopone.

On fait arriver dans une même cuve la solution de



Fig. 38. — Calcination de la litopone.

sulfure de baryum et celle de sulfate de zinc. La réaction se produit et l'on obtient, sous forme de précipité, la litopone brute.

Celle-ci, après avoir passé dans des filtres-presses, est d'abord séchée sur une aire en matériaux réfractaires, ensuite elle est chauffée au rouge dans un four à moufle.

Après cette calcination, la litopone est de nouveau mouillée et broyée dans un moulin à meules; puis elle va aux filtres-presses. La pâte qui en sort est placée dans de petits bacs plats et séchée dans une étuve à compartiments superposés, chauffée à la vapeur.

La litopone sèche est enfin triturée dans un broyeur à ailettes (desmembrateur).

Production. — Commerce.

Le produit en poudre s'expédie dans des barriques dont la contenance varie de 50 à 250 kilogrammes.

On prépare aussi la litopone par un broyage à l'huile et on la livre en bidons d'une contenance de 12 $^1/_2$ à 100 kilogrammes.

Le prix de la litopone sèche varie de 26 à 35 francs les 100 kilogrammes suivant qualité; la litopone broyée vaut 7 francs en plus.

La litopone est fabriquée en Belgique par la Société des industries chimiques de Wilsele, près de Louvain. Cette usine possède une vaste installation bien outillée, livrant actuellement 15,000 à 16,000 tonnes par an.

La moitié de cette production est expédiée à l'étranger, notamment en Angleterre, en Espagne, en Italie, en Turquie, etc.

4° Bleu d'outremer.

Le bleu d'outremer est une couleur artificielle dont la composition n'a pas encore été déterminée bien exactement. Il existe différentes méthodes pour la préparer.

Le système adopté en Belgique par les trois fabriques qui s'occupent de cette industrie est celui dit *au carbonate de soude.*

Matières premières.

Les matières premières employées pour la fabrication au moyen de ce procédé sont : le *kaolin*, le *soufre*, la *silice*, le *carbonate de soude*, plus une petite quantité de *charbon de bois* ou de *résine*.

Le kaolin vient d'Angleterre ; il vaut 3 francs les 100 kilogrammes.

Le soufre en masses, venant de Sicile, revient actuellement à 14 fr. 50 c. les 100 kilogrammes. Le soufre régénéré, extrait des pyrites grillées, n'est pas utilisé en Belgique.

Le silice est généralement le *kieselguhr* d'Allemagne, dont le prix est de 10 à 12 francs les 100 kilogrammes.

Le carbonate de soude est le plus souvent de provenance anglaise ou allemande; les fabricants préfèrent, en effet, le soude Leblanc à cause de sa plus grande densité.

Fabrication.

Voici les principales opérations que comporte la fabrication normalement conduite :

Les différentes matières citées plus haut sont broyées et mélangées suivant certaines proportions déterminées. La composition est introduite dans de petits creusets ou pots en terre légèrement coniques, de 35 à 40 centimètres de hauteur, munis d'un couvercle. On remplit avec ces creusets des fours à flamme directe, rappelant ceux employés pour la cuisson des produits céramiques en casettes. Sous l'action de la chaleur, les matières réagissent entre elles et le bleu se forme.

Le produit retiré des pots est soumis à des lavages répétés à l'eau chaude, afin d'en éliminer la soude en excès et les autres impuretés solubles. Puis le bleu, mélangé avec l'eau et sous forme de bouillie, est broyé dans un grand trommel contenant des galets de silex (tube-mills). Au sortir de cet appareil, le bleu passe dans une série de bacs de décantation, dans lesquels il se dépose en se classant par degrés de finesse.

Chacune des qualités est alors traitée séparément. On passe d'abord la masse au filtre-presse pour en séparer la plus grande partie de l'eau, puis on la fait sécher dans de petits vases plats en terre cuite vernissée, que l'on place par exemple dans une chambre ménagée à la partie supérieure des fours.

Il ne reste plus qu'à pulvériser et à tamiser le pro-

duit sec dans un tube-mill de dimensions plus faibles.

Pour certaines qualités courantes, après le lavage et le broyage en bouillie, on procède immédiatement au séchage dans une cuve à double fond, chauffée à la vapeur.

Le bleu pur est souvent mélangé, en proportion plus ou moins forte, avec une matière inerte, telle que du blanc minéral (craie) ou du sable très fin, de façon à atténuer son pouvoir colorant. C'est ce qu'on appelle des *bleus réduits* (bleu d'azur, etc.), ayant une richesse de bleu pur qui varie de 20 à 90 p. c. Ces mélanges sont surtout effectués par des négociants.

Pour l'usage domestique, on prépare souvent le bleu en pâte (bleus Duchesse, Royal, Impérial), ou en petits cubes, boules ou cylindres comprimés, qui se confectionnent à la main ou à la machine.

On prépare aussi des bleus d'outremer verts, violets, rouges. Les procédés de fabrication diffèrent un peu. Ainsi pour l'outremer vert, le point important est d'éviter l'absorption d'oxygène lors du refroidissement du produit, lequel doit par conséquent se faire à four fermé.

D'après Wagner, les outremers violet et rouge s'obtiendraient par le traitement de l'outremer bleu et vert à une haute température et en présence de l'air, au moyen d'acides ou de sels capables d'abandonner un acide sous l'influence d'une forte chaleur.

Production. — Commerce.

Le bleu d'outremer s'expédie soit en tonneaux de

bois de 50 à 300 kilogrammes, soit en caisses garnies de papier, d'une contenance de 5 à 25 kilogrammes. On prépare aussi des caisses de 50 à 100 kilogrammes, remplies de paquets d'une contenance de 25 grammes à 5 kilogrammes; ces paquets, à double enveloppe, sont recouverts d'un papier de fantaisie.

Dans l'industrie le bleu d'outremer est employé non seulement comme couleur, mais il sert également à blanchir un grand nombre de produits : la céruse, le papier, l'amidon, le sucre, etc.

Les prix varient suivant le degré de finesse, de pureté et suivant la couleur.

Les bleus purs ordinaires valent de 60 à 80 centimes le kilogramme suivant finesse; les bleus réduits de 30 à 60 centimes suivant finesse et pureté.

Les bleus spéciaux pour papeterie se vendent de 1 franc à 1 fr. 10 c.; les bleus d'impression, de 1 fr. 20 c. à 1 fr. 50 c.

Le bleu pour sucrerie, qui doit être d'une pureté absolue, vaut de 5 à 12 francs le kilogramme.

Les outremers d'autres couleurs se vendent, suivant teinte et richesse :

Les verts. .	de fr.	0.70 à 1.50	le kilogramme.
Les violets .	»	2.50 à 4.00	»
Les rouges .	»	4.50 à 8.00	»

La production annuelle de bleu brut est d'environ 2,000 tonnes; on en exporte de 1.300 à 1,400 tonnes.

Voici les principaux pays qui nous achètent ce produit :

Indes anglaises, Amérique du Nord, République Argentine, Chili, Australie, Chine, Japon, Égypte, Turquie, Roumanie, Bulgarie, Serbie, Espagne, Allemagne, Danemark, Suède-Norvège.

L'exportation en France est impossible par suite du droit de 25 francs qui a été établi à l'entrée.

L'industrie allemande nous fait une concurrence redoutable et alimente plus de la moitié de la consommation du pays. Par contre, malgré un droit d'entrée de 15 marcs, nos fabricants importent en Allemagne certaines qualités de bleus fins, notamment ceux destinés à la sucrerie.

L'industrie du bleu d'outremer utilise une force motrice de 310 chevaux et donne du travail à 195 ouvriers. Ceux-ci sont généralement payés à la journée. La confection des boules et l'emballage sont le plus souvent confiés à des femmes et s'exécutent à la pièce.

5° Couleurs à base d'oxyde de fer.

Fabrication.

Colcotar et rouge oxyde.

Le colcotar, appelé aussi potée de fer, est du peroxyde de fer obtenu par la calcination du sulfate ferreux dans des fours.

Le sulfate de fer employé à cet effet est acheté en

Belgique; on utilise notamment le sulfate retiré des eaux de décapage du fer.

On se sert également, pour faire le colcotar, de pyrites grillées contenant encore une certaine quantité de soufre. Ces pyrites, par leur séjour plus ou moins prolongé à l'air, se sulfatisent partiellement. Avant de les soumettre à la calcination, on les soumet généralement à un traitement par l'acide sulfurique.

Le colcotar obtenu par ce procédé est moins pur que le premier; on s'en sert en peinture sous le nom de *rouge oxyde*.

Le colcotar est surtout employé pour le polissage des glaces; dans ce cas, il doit présenter un certain mordant. Lorsqu'il est destiné à l'émaillerie ou à la peinture, le produit doit être plus onctueux. Le travail diffère un peu suivant que l'on veut obtenir l'une ou l'autre qualité.

L'emballage du colcotar se fait, pour le pays, en sacs de 50 kilogrammes et pour l'étranger en fûts de 300 kilogrammes.

Minium de fer.

On réserve plus spécialement le nom de minium de fer au peroxyde naturel ayant subi une préparation plus ou moins parfaite. Il est employé comme couleur à l'état cru ou calciné et présente, suivant les cas, des teintes qui vont du rouge au noir en passant par le brun.

En Belgique, le minium provient en premier lieu

des mines d'oligiste exploitées dans la vallée de la Meuse, entre Liége et Namur. Outre son emploi en métallurgie, cet oligiste reçoit également des applications en verrerie, après avoir été transformé en grenailles. Réduit en poudre fine au moyen de meules, il constitue le minium de fer rouge utilisé en peinture.

Les fabricants qui s'occupent spécialement de la mouture, achètent aussi des minerais à l'étranger (Suède, Espagne, etc.). Certains d'entre eux préparent également le minium en le broyant avec de l'huile.

Une autre source de matière première qui a donné lieu à la création d'une industrie très intéressante, est fournie par des dépôts formés par les eaux ferrugineuses dans la région de Spa.

Ces gisements sont constitués, dans certains endroits, par de la limonite, dans d'autres par de l'oxyde magnétique tourbeux; ils sont parfois mélangés avec une quantité notable d'argile. Les gisements, étant à fleur de terre, sont d'une exploitation facile; le minerai est simplement extrait à la pelle et conduit à l'usine dans des brouettes.

La matière subit un traitement plus ou moins long et différent, suivant qu'il s'agit de fabriquer des poudres jaunes (jaunes d'ocre ou limonite), des poudres rouges (oligiste) ou des poudres noires (oxyde salin ou magnétique).

Voici la série des opérations auxquelles on procède :

Le minerai est d'abord soumis à un débourbage ou

de fer que l'on extrayait anciennement dans cette région.

Ces dépôts forment des couches d'une épaisseur variable, mais assez limitée; ils sont plus ou moins exempts de sable suivant qu'ils ont été entraînés plus ou moins loin du chantier de lavage. On extrait simplement la terre à la bêche par couches successives et on la met à sécher sur une aire en attendant son chargement. La calcination se fait dans un petit four analogue à ceux de boulanger.

L'ocre brune brute est vendue aux raffineurs, qui lui font subir, au moyen de meules, une mouture à sec plus ou moins fine, suivie d'un blutage.

Parfois l'ocre est lavée au préalable et séchée; on a alors l'ocre jaune; mais cette dernière qualité est surtout importée de France.

Vu la pauvreté de nos exploitations d'ocre, les raffineurs opèrent souvent des mélanges avec des produits venant de l'étranger, afin d'obtenir les nuances exigées par la clientèle.

Généralement, ces couleurs se livrent en deux qualités : en poudre fine et en poudre impalpable.

Certains fabricants fournissent aussi les ocres en *pâte*, c'est-à-dire broyées à l'eau.

Terres à couleurs.

A côté des ocres viennent se placer les terres à couleur, dont il existe quelques exploitations en Belgique. Ces terres sont colorées par la présence du

fer et revêtent des teintes violette, grise, verte, suivant le cas.

Les exploitations de terre grise sont les plus importantes et sont situées dans les environs d'Ottignies.

Les gisements se rencontrent sur une certaine étendue, à quelques mètres au-dessous du niveau du sol et recouverts d'une couche de sable. Ils sont exploités à ciel ouvert sur une hauteur de 15 à 16 mètres. L'extraction se fait à la pioche.

Les blocs de terre brute sont soumis à un premier broyage avec peu d'eau sous des meules verticales. La pâte est conduite dans un second broyeur à meules où elle est mouillée complètement; elle s'y transforme en boue et s'écoule dans des bassins de décantation.

Quand l'eau a disparu, on procède au séchage par petites masses, que l'on place d'abord sur des blocs de craie, puis sur des claies disposées sous toiture.

La terre verte est exploitée dans les environs de Wavre; la terre violette dans les environs de Vielsalm.

Production. — Commerce.

La fabrication du colcotar, du minium de fer, des ocres et des terres à couleurs comprend onze installations industrielles, que nous classerons de la manière suivante :

Colcotar, 3 établissements; miniums crus et calcinés, 3 établissements, extrayant eux-mêmes leur minerai; minium, ocres, terres et couleurs diverses, 5 établissements.

Il existe, en outre, dix petites exploitations d'ocre et terres diverses.

Le nombre total d'ouvriers occupés dans cette industrie est de 113, dont 24 sont affectés à l'extraction du minerai, de l'ocre et des terres.

La force motrice utilisée par l'ensemble de ces usines est de 325 chevaux.

La production totale annuelle des diverses couleurs est la suivante :

a) *Colcotar* : environ 600 tonnes par an, dont les deux tiers sont exportés principalement en France, un peu en Russie, en Allemagne, en Hollande.

Les deux qualités courantes se vendent aux prix moyens de 17 fr. 50 c. et 22 fr. 50 c. les 100 kilogrammes. Certains produits supérieurs valent jusque 30 francs les 100 kilogrammes.

b) *Minium de fer* cru et calciné : 3,100 tonnes.

Les cinq sixièmes de cette quantité sont produits par les maisons qui exploitent le minerai.

Plus des deux tiers de la production sont vendus, surtout en France, puis en Angleterre et dans l'Amérique du Sud. La France nous achète surtout les bonnes qualités pour ses grands chantiers de construction de wagons, de charpentes, de navires, etc. Les qualités inférieures, à bas prix, s'écoulent plutôt en Belgique.

Le prix des miniums rouges, violets, bruns et noirs varie de 15 à 30 francs les 100 kilogrammes, suivant finesse, teinte et richesse.

c) *Ocres;* brutes : 500 tonnes, dont 50 exportées; raffinées : 1,000 à 1,100 tonnes; la Belgique ne fournit donc que la moitié de la matière première nécessaire à cette fabrication.

Le quart environ de nos ocres raffinées est exporté en France, en Hollande et dans quelques pays d'outre-mer.

L'ocre brute se vend de 5 fr. 50 c. à 8 francs la tonne suivant qualité; calcinée, elle vaut 17 francs la tonne.

Le prix des ocres raffinées dépend de la finesse et de la nuance. Les ocres brunes crues valent de 6 à 11 francs les 100 kilogrammes; les ocres jaunes lavées, de 7 à 14 francs les 100 kilogrammes; les ocres rouges (calcinées), de 6 fr. 50 c. à 16 francs les 100 kilogrammes.

d) *Terres à couleur :* grise (brute et lavée), 2,100 tonnes; verte, 150 tonnes.

Les terres vertes raffinées font l'objet d'une certaine exportation.

La terre grise brute, en blocs, est vendue surtout aux fabriques de ciment; elle vaut 250 francs le wagon de 10 tonnes.

La terre grise lavée est utilisée par les papeteries et les fabricants de couleurs. Son prix est de 100 francs la tonne brute; broyée, elle se vend jusque 14 francs les 100 kilogrammes.

La terre verte coûte brute 25 francs la tonne et broyée, 6 fr. 50 c. les 100 kilogrammes.

Couleurs diverses.

Fabrication.

On fabrique encore en Belgique quelques autres couleurs minérales à l'aide de matières premières venant en partie de l'étranger.

Terre de Sienne. — C'est une terre brune colorée par du fer, que l'on prépare par lavage, calcination et mouture. La valeur est de 17 francs les 100 kilogrammes.

Noir d'ivoire. — Cette couleur est obtenue en soumettant à la calcination, puis au lavage et à la mouture, des déchets d'ivoire généralement importés d'Allemagne. Le noir d'ivoire pur se vend de 100 à 110 francs les 100 kilogrammes.

Jaune de chrome. — Le jaune de chrome ou chromate neutre de plomb s'obtient en faisant réagir ensemble des solutions de bichromate de potasse et d'acétate de plomb. Cette couleur à l'état pur vaut de 100 à 125 francs les 100 kilogrammes.

Bleu de Prusse. — On produit le bleu de Prusse en attaquant de la limaille de fer par un mélange d'acide sulfurique et d'acide nitrique et en traitant la solution obtenue par du ferrocyanure de potassium (prussiate jaune). Le bleu de Prusse est uniquement préparé en vue de la fabrication du vert de chrome.

Vert de chrome. — En mélangeant du jaune de

chrome avec du bleu de Prusse on forme le vert de chrome. Les teintes plus ou moins foncées s'obtiennent en y ajoutant une certaine quantité soit de sulfate de baryte, soit de blanc de zinc (vert au zinc).

Les verts au sulfate de baryte se vendent de 15 à 200 francs, suivant la charge; ceux au blanc de zinc valent de 25 à 150 francs.

Vert de Schweinfurth. — Ce vert est formé essentiellement d'arsénite de cuivre contenant en mélange de l'acétate neutre de plomb. On le fabrique en faisant réagir à chaud deux solutions concentrées d'acide arsénieux et d'acétate de cuivre ou vert-de-gris. Cette couleur se vend de 100 à 250 francs les 100 kilogrammes, suivant la charge.

Dans la fabrication des couleurs précédentes, on effectue généralement les réactions dans des cuves en bois, rondes ou rectangulaires, simples ou doublées de plomb. Les couleurs, produites sous forme de précipités, sont, après décantation, soumis à des lavages, puis séchées en petites masses sur des claies placées dans un séchoir. Elle sont fournies en roches, ou après mouture et tamisage. On les emballe généralement en barils de bois de 50 kilogrammes.

Production. — Commerce.

Les maisons qui s'occupent de la fabrication des couleurs que nous venons de passer en revue sont au nombre de cinq. Leur production annuelle peut être estimée à 1,100 ou 1,200 tonnes. Les deux tiers

environ de cette quantité sont vendus à l'étranger, notamment en France, en Espagne, en Algérie, en Tunisie, en Turquie, en Orient, en Angleterre et dans quelques autres pays d'outremer, le plus souvent par l'intermédiaire de maisons de Hambourg.

Comme on le voit, l'industrie des couleurs minérales diverses n'est pas très développée en Belgique. Elle se trouve, en effet, en présence d'une concurrence redoutable : celle des grandes manufactures allemandes. A part l'arsenic, le blanc de zinc et le sulfate de baryte, toutes les matières premières doivent être importées d'Angleterre et d'Allemagne. Les fabriques de ce dernier pays se trouvent donc dans une situation plus favorable sous ce rapport. En outre, elles disposent d'un personnel spécial formé de longue date, difficile à trouver dans notre pays. Supérieurement outillées et produisant sur une vaste échelle, les fabriques allemandes sont incontestablement dans d'excellentes conditions pour satisfaire les exigences, toujours si variées, de la clientèle.

Nos fabricants éprouvent de sérieuses difficultés à faire accepter leurs produits par les consommateurs belges, habitués depuis longtemps aux marques étrangères. L'importation de ces articles est d'ailleurs encouragée par la modicité des frets.

IV. — CORPS GAZEUX COMPRIMÉS

1° Oxygène et hydrogène.

Fabrication.

La production en grand de l'oxygène et de l'hydrogène au moyen de l'électrolyse industrielle de l'eau, est réalisée par la société anonyme « L'Oxydrique ». Voici, d'après M. Félix Jottrand [1], quelques renseignements sur cette intéressante fabrication.

L'eau, traversée par un courant électrique, se décompose en ses deux éléments, oxygène et hydrogène, que l'on peut recueillir séparément. Pour réaliser industriellement cette décomposition, deux conditions essentielles doivent être réalisées :

1° Réduction à un minimum de la force électromotrice;

2° Parfaite séparation des deux gaz.

En ce qui concerne la première condition, le problème à résoudre est de déterminer la composition la plus favorable de l'électrolyte, ou liquide à décomposer; on sait, en effet, que l'eau pure est peu conductrice de l'électricité. Il faut ensuite imaginer une disposition qui permette de rapprocher les deux électrodes.

---

[1] Conférence faite à la Société belge d'électriciens, le 20 décembre 1902.

Pour réaliser la seconde condition, il suffit de placer entre les électrodes une cloison ou diaphragme. Ce diaphragme doit être perméable à l'eau pour permettre la circulation de l'électrolyte; mais il doit être imperméable aux gaz et, en outre, bon conducteur de l'électricité.

L'électrolyseur Garuti satisfait à ce programme. Dans ce système, on fait usage d'un diaphragme

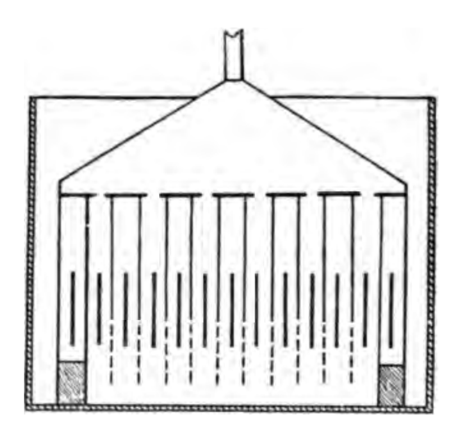


Fig. 39. — Electrolyseur Garuti (coupe transversale).

métallique, présentant un grand nombre de perforations de faible diamètre, réunies en une bande de quelques centimètres de hauteur placée devant les électrodes. Ces ouvertures, tout en permettant la libre circulation de l'électrolyte, ne laissent pas passer les gaz, en vertu d'un phénomène de capillarité.

L'appareil se compose d'une série de cellules juxtaposées renfermant chacune une électrode et constituées par des feuilles métalliques soudées. Ces cellules

sont complètement fermées à la partie inférieure et ouvertes seulement sur la moitié de leur longueur, à la partie supérieure. Toutes les cellules contenant une anode sont ouvertes sur la moitié gauche ; toutes les cellules contenant une cathode sont ouvertes sur la moitié droite. De cette façon, on peut recueillir séparément l'oxygène et l'hydrogène au moyen de deux

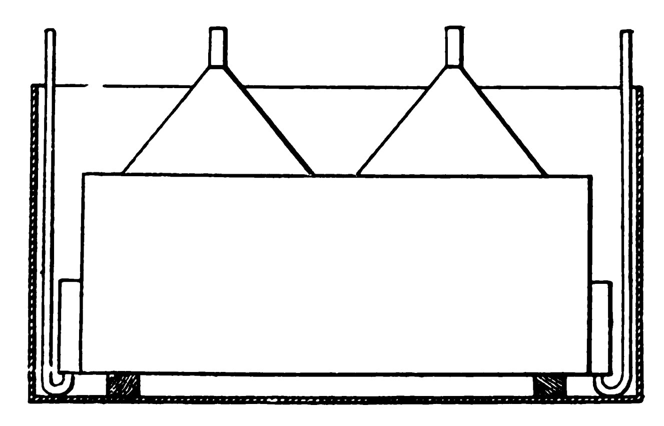


Fig. 40. — Électrolyseur Garuti (vue longitudinale).

cloches ou entonnoirs appliquées sur chacune des moitiés de l'électrolyseur.

Pour la construction de l'appareil, on emploie généralement de la tôle d'acier doux ; l'électrolyte est composé d'une solution de soude ou de potasse caustique à 25 p. c. Dans des cas spéciaux, on se sert de plomb avec de l'eau acidulée.

La solution caustique se carbonate à la longue ; on la revivifie au moyen de la chaux.

Les appareils marchent sans intervention de main-

d'œuvre. Ils sont rangés les uns à la suite des autres dans une salle maintenue à une température constante. Les gaz produits sont collectés au moyen d'une tuyauterie en fer; ils se rendent à un compteur et de là au gazomètre.

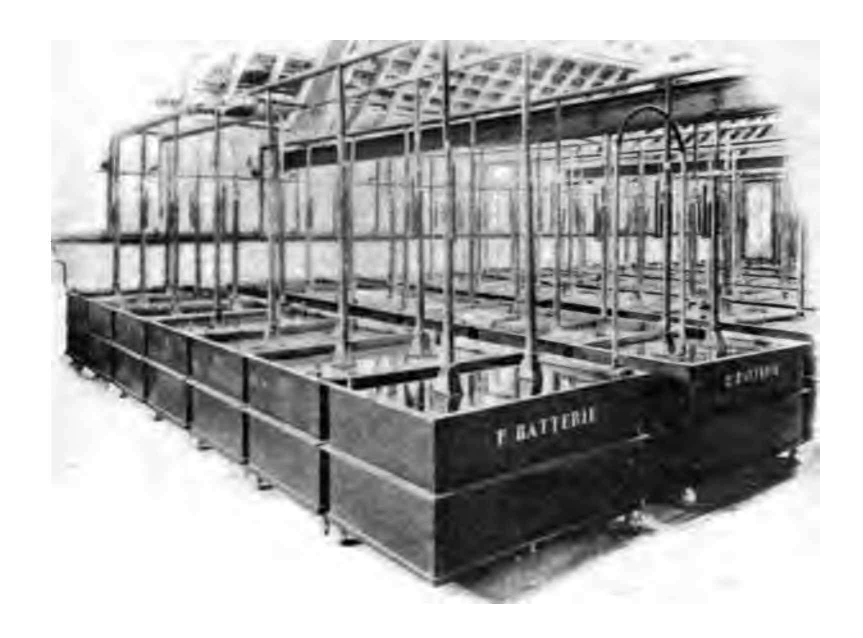


Fig. 41. — Salle des électrolyseurs.

L'oxygène, contenant une petite quantité d'hydrogène, doit subir une purification. A cet effet, on lui fait traverser un petit cylindre rempli de tubes parcourus par de la vapeur; l'élévation de température qui en résulte suffit pour opérer la combustion de l'hydrogène.

La force électromotrice pratiquement nécessaire

au fonctionnement de l'appareil est en moyenne de 2.4 volts. Industriellement, la production de 1 mètre cube d'hydrogène exige 6.25 kilowatts et celle de 1 mètre cube d'oxygène 12.50 kilowatts.

Pour être livrés à la consommation, les gaz sont amenés à la pression de 120 atmosphères à l'aide de compresseurs, puis, ils sont introduits dans des bouteilles en acier à fermeture spéciale d'une contenance allant de 20 litres à 5,500 litres.

Production. — Commerce.

L'oxygène se vend 5 francs le mètre cube et l'hydrogène 1 fr. 25 c.

Avec un personnel de vingt-cinq ouvriers et une force motrice de 175 chevaux, l'établissement produit actuellement environ 180,000 mètres cubes par an (dont $^2/_3$ d'hydrogène et $^1/_3$ d'oxygène).

Comme il s'est créé dans les autres pays d'Europe des usines pour l'exploitation de la même industrie, l'oxygène et l'hydrogène comprimés ne sont guère susceptibles d'exportation.

La fabrication de ces deux gaz à des conditions économiques et sous une forme facilement transportable favorise singulièrement le développement des applications de la soudure autogène, c'est-à-dire de la soudure par fusion ou ramollissement des points en contact sans interposition d'aucun corps étranger. On peut, en effet, en brûlant l'hydrogène par un courant d'oxygène à l'aide d'un chalumeau approprié, obtenir une température de 3000° localisée à un endroit

déterminé. Cette chaleur est suffisante pour provoquer la fusion de tous les métaux et celles de beaucoup d'autres substances, telles que la chaux, le silice, l'alumine.

Le chalumeau oxhydrique est maintenant couramment employé dans l'industrie pour la fabrication des émaux et des pierres artificielles, pour réparer les soufflures dans les pièces d'acier moulées, pour la soudure des tuyaux en fer et en acier, pour le placement des collets, brides, raccords, etc., pour la soudure des tôles minces, la réparation des chaudières, la soudure des fils électriques, le sectionnement sur place des poutrelles, tôles, tuyaux, le détartrage des générateurs, etc.

Signalons encore l'emploi du gaz oxhydrique pour les projections lumineuses et les applications intéressantes de l'oxygène en médecine et en chirurgie pour la respiration artificielle, la cicatrisation des plaies, etc.

2° Anhydride sulfureux.

L'anhydride sulfureux, comprimé jusqu'à l'état liquide, se présente sous une forme très commode pour le transport; aussi tend-il à se substituer à l'acide sulfureux en solution et même aux bisulfites de soude et de chaux, dans les applications industrielles où l'on utilise les propriétés blanchissantes, antiseptiques ou désinfectantes de cet acide.

Il existe, près de Liége, une usine qui s'occupe de cette petite industrie; elle livre, par an, environ

80,000 kilogrammes d'anhydride sulfureux liquide; un peu plus de la moitié seulement est consommée en Belgique; le reste est expédié en France, en Espagne et même dans les pays d'outre-mer.

Pour préparer ce produit, on fabrique d'abord du gaz sulfureux par le grillage de pyrite et de soufre dans un four à étage. Le gaz est recueilli, purifié et desséché, dans une tour analogue à celle de Glover; puis, il est aspiré, liquéfié par un compresseur et refroidi dans un serpentin.

L'acide liquide est emmagasiné dans un réservoir d'où il est soutiré et mis dans des bouteilles d'acier d'une contenance de 100 kilogrammes.

L'anhydride sulfureux se vend à raison de 50 centimes le kilogramme.

3° Acide carbonique.

Fabrication.

L'acide carbonique liquide, fabriqué en Belgique, est obtenu par trois procédés différents :

a) La fermentation alcoolique du malt;

b) La calcination du carbonate de chaux;

c) La calcination du carbonate de magnésie.

A. — *Fermentation alcoolique.*

Le premier procédé est pratiqué par une des grandes distilleries du pays.

Le gaz carbonique, capté dans les cuves de fermentation, subit d'abord un lavage dans des barboteurs contenant de l'eau. De là, il se rend dans un gazomètre, d'où un extracteur l'envoie dans les appareils d'épuration. Ces appareils comprennent une série de colonnes contenant certains réactifs liquides qui débarrassent le gaz de ses impuretés. L'acide carbonique est alors desséché en passant sur du chlorure de calcium, puis traverse un filtre destiné à retenir les parties de ce sel qui pourraient être entraînées. Le gaz est enfin comprimé, en trois phases, jusque 70 atmosphères environ, dans un compresseur suivi d'un serpentin refroidi par l'eau.

B. — *Calcination du carbonate de chaux.*

Ce procédé est plus compliqué et nécessite des opérations assez nombreuses.

On calcine le calcaire dans un four à chaux ordinaire, chauffé au coke; on utilise des déchets de carrières, revenant à 3 fr. 50 c. la tonne.

Les gaz bruts sortant du four sont aspirés et refoulés de bas en haut, à travers une colonne dans laquelle on fait couler de l'eau; dans cette colonne, les gaz sont lavés, refroidis; en outre ils se dépouillent des poussières entraînées. Ils se rendent ensuite dans deux tours carrées remplies de coke qu'on arrose avec une lessive de carbonate de potasse. En s'unissant à l'acide carbonique, le carbonate se transforme en bicarbonate. On envoie celui-ci dans une chaudière; par l'effet de la chaleur, l'acide carbonique se dégage

de la solution et, après refroidissement dans un serpentin, il se rend dans un gazomètre.

Du gazomètre, l'acide carbonique aspiré se rend au compresseur; mais il n'arrive à ce dernier qu'après avoir traversé deux colonnes de dessiccation contenant l'une de la pierre ponce, l'autre du chlorure de calcium. La compression s'effectue en trois phases, d'abord à 4 atmosphères, puis à 20, et finalement à 70 ou 75 atmosphères. Entre deux compressions consécutives, le gaz passe par un réfrigérant.

La chaux grasse obtenue comme sous-produit dans ce procédé est utilisée dans la fabrication du papier.

C. — *Calcination du carbonate de magnésie.*

La matière première utilisée dans cette méthode est la magnésite, originaire de Grèce, dont la valeur est estimée à 20 francs la tonne.

La calcination s'effectue dans d'étroites cornues verticales en fonte. Le gaz carbonique qui s'en dégage est simplement soumis à deux lavages à l'eau dans des colonnes puis se rend au gazomètre. Il en est aspiré et se dessèche en traversant deux filtres remplis l'un d'ouate, l'autre de charbon de bois. La compression du gaz se fait comme précédemment.

Comme on le voit, ce procédé est très simple; il offre, en outre, l'avantage de donner comme sous-produit de la magnésie, matière qui se vend avantageusement et qu'on utilise dans la fabrication des carrelages et dans celle des bougies, pour la saponification des graisses. On en produit environ 175 tonnes par an,

dont la moitié est exportée en Angleterre et en Allemagne. La valeur de l'oxyde de magnésie est de 90 à 95 francs la tonne.

Production. — Commerce.

La production des trois fabriques belges d'acide carbonique ne s'élève pas à plus de 370,000 kilogrammes par an. Cette quantité représente à peine le tiers de la consommation du pays.

Exceptionnellement, nous exportons un peu d'acide carbonique en Hollande, en Syrie, en Égypte. En France, vu le faible espace de temps accordé pour l'admission temporaire des tubes (deux mois), on ne peut exporter que dans des bouteilles appartenant aux consommateurs.

L'acide carbonique sous pression est utilisé sur une grande échelle pour la préparation des boissons gazeuses, la saturation et le soutirage de la bière, sur laquelle il exerce une action conservatrice. Il reçoit, en outre, quelques autres applications, notamment dans le fonctionnement des extincteurs d'incendie, dans les laboratoires, etc.

L'acide carbonique liquide se met dans des bouteilles cylindriques d'acier, munies d'un détendeur de pression; ces tubes contiennent habituellement 10 kilogrammes, plus rarement 20 kilogrammes d'acide.

L'acide carbonique qui, il y a dix ans, se vendait à plus de 1 franc le kilogramme, s'écoule maintenant à des prix variant de 3 à 4 francs le tube de 10 kilo-

grammes. L'importation allemande fait à ce produit une concurrence de plus en plus désastreuse; elle fournit l'acide carbonique aux consommateurs à des prix encore inférieurs à ceux que nous venons de citer. La raison de cet abaissement de la valeur est vraisemblablement due à ce fait que l'Allemagne possède des sources naturelles d'acide carbonique, qui peut ainsi être obtenu à un coût insignifiant. Nos fabricants ont donc beaucoup de peine à maintenir leurs débouchés; d'autre part, ils se plaignent de ce que certains importateurs peu scrupuleux, mais désireux de gagner la faveur de la clientèle, ne craignent pas, malgré le danger résultant de l'augmentation de pression, de donner aux tubes de 10 kilogrammes une surcharge allant de 1/2 à 2 kilogrammes d'acide.

4° Ammoniaque anhydre.

Fabrication.

L'ammoniaque anhydre est préparé au moyen des eaux ammoniacales provenant de la distillation de la houille dans les usines à gaz et dans les installations de fours à coke à récupération [1]. On se sert habituellement d'eaux concentrées à 29° ou 30° B., contenant 30 p. c. d'ammoniaque, revenant de 52 à 56 francs les 100 kilogrammes. Ces eaux sont distillées sous pression; les vapeurs ammoniacales sortant de l'alam-

---

[1] Voir Quatrième Partie.

bic, traversent d'abord un réfrigérant tubulaire placé au-dessus; puis, elles subissent une double épuration. D'abord, la vapeur d'eau est absorbée par de la soude caustique placée dans une première colonne; dans une seconde colonne, l'ammoniaque barbote dans des huiles lourdes provenant de la distillation du goudron, qui retiennent la naphtaline. On ne pousse pas la distillation jusqu'au bout; les eaux ammoniacales sont retirées de l'alambic lorsqu'elles renferment encore 10 p. c. d'ammoniaque et sont distillées séparément pour enrichir d'autres eaux.

L'ammoniaque purifiée est ensuite comprimée à 6 ou 7 atmosphères dans un serpentin refroidi, puis emmagasinée dans un récipient d'où on la soutire pour remplir les bouteilles. Celles-ci sont constituées par des tubes d'acier ou formées de tôles d'acier soudées; elles contiennent de 5 à 50 kilogrammes d'ammoniaque.

Production. — Commerce.

Les deux établissements qui s'occupent de la fabrication de l'ammoniaque anhydre en produisent chaque année plus de 50,000 kilogrammes. Les neuf dixièmes au moins, destinés à l'étranger, sont expédiés en Hollande, en France, en Angleterre, dans le sud de l'Europe et dans les pays d'outre-mer.

L'ammoniaque anhydre est utilisée principalement, pour la fabrication de la glace, dans les machines frigorifiques le plus couramment employées. Elle reçoit encore d'autres applications : dans l'étamage

des glaces, pour combattre l'influence nuisible des vapeurs de mercure; dans la production de force motrice par le système Tellier et Morgan.

Le prix de l'ammoniaque liquéfiée varie de 2 à 3 francs le kilogramme.

V. — PRODUITS DIVERS.

1° Soufre raffiné.

Fabrication.

Le soufre brut, c'est-à-dire tel qu'il est obtenu par une première fusion, doit, pour être propre à certains usages, être débarrassé des impuretés qu'il contient. Ces impuretés sont constituées, d'abord, par des matières bitumineuses volatiles, que l'on fait partir en chauffant le soufre à 125° environ; ensuite par des matières minérales, dont on dégage le soufre en le distillant dans une cornue. Les vapeurs se rendent dans un condenseur où le soufre se liquéfie; on l'extrait et on le coule dans des moules tronconiques : c'est le soufre en *canons*.

Si la condensation s'opère lentement dans une grande chambre, le soufre passe directement de l'état gazeux à l'état solide : on obtient le soufre en *fleur* ou soufre *sublimé*.

La Belgique possède à Anvers une importante raffinerie de soufre, très bien outillée et pourvue des installations hygiéniques permettant d'éviter la pré-

sence de gaz sulfureux et assurant l'aération parfaite des locaux.

On y traite le soufre brut provenant surtout de la Sicile et, en petite quantité, d'Espagne.

Production. — Commerce.

La production totale de soufre raffiné est de 6,000 à 7,000 tonnes par an, dont les trois quarts sont destinés à l'exportation outre-mer (Amérique du Nord, Indes anglaises et néerlandaises, Brésil, Colonie du Cap, Australie, etc.).

Ce soufre raffiné est livré au commerce sous trois qualités :

Le soufre *coulé* ou en *canons*, qui s'emballe dans des barils de bois spéciaux, à rainures et languettes, dont le poids va de 50 à 500 kilogrammes; il vaut 15 à 16 francs les 100 kilogrammes;

Le soufre *en fleur*, qui se met en balles de 50, 100 et parfois de 150 kilogrammes, et dont le prix est de 18 à 19 francs les 100 kilogrammes;

Le soufre *sublimé*, qualité spéciale de soufre très fin, tout à fait neutre, titrant 90 à 100° au tube Chancel; il se vend 24 à 27 francs les 100 kilogrammes.

Le soufre raffiné est surtout utilisé dans le blanchiment des matières textiles, du sucre, dans les industries chimiques.

Le traitement de la vigne absorbe de grandes quantités de soufre en fleur; quant au soufre sublimé, il est spécialement employé pour la vulcanisation du caoutchouc.

2° Sulfate de baryte.

EXTRACTION.

Le sulfate de baryte, destiné aux divers usages industriels, est préparé au moyen du minéral extrait



Fig. 42. — Puits d'extraction du sulfate de baryte.

en Belgique même; on a également essayé de travailler une certaine quantité de matière brute de provenance allemande.

Il existe aux environs de Fleurus un gisement de sulfate de baryte, occupant une superficie de terrain d'environ 6.5 hectares. Ce minéral se présente en poches ou amas plus ou moins réguliers, commençant

à une faible profondeur au-dessous du niveau du sol et séparés par d'étroits filons de sable ou de terre.



Fig. 43. — Exploitation du sulfate de baryte à Fleurus.

L'exploitation se fait d'une manière très simple, au moyen de puits d'un mètre de diamètre et d'une profondeur de 20 mètres environ; il existe environ trente-cinq puits de ce genre.

A partir de ces puits, on perce dans le gisement des galeries horizontales que l'on remblaie après extraction du sulfate de baryte. On ouvre ainsi, successivement, des galeries les unes à

côté des autres, en ayant soin d'attendre que le tassement du remblai se soit effectué convenablement.

L'attaque de la roche se fait au pic; rarement on doit avoir recours à la poudre.

Deux puits d'exhaure, creusés à 25 mètres de profondeur et munis de pompes à vapeur, servent à l'épuisement des eaux.

La descente des ouvriers a lieu au moyen de treuils manœuvrés à la main. Ceux-ci servent également à la remonte des produits, que l'on dépose dans de petits paniers, la matière étant très lourde.

Le sulfate de baryte se présente avec des teneurs variant de 75 à 98 p. c. Sa coloration varie du blanc au jaune gris. Cette teinte lui a été communiquée par les eaux d'infiltration provenant de petits gisements de minerais de fer, exploités jadis à cet endroit.

Un premier triage s'opère à la mine et le sulfate est classé en quatre qualités, suivant sa teinte. Il est ensuite transporté par chemin de fer aux usines de préparation situées à 1,500 mètres de distance; pour ce transport, la traction électrique va être substituée à la traction par locomotive ordinaire.

Préparation.

A l'usine, le sulfate brut est soumis à une série d'opérations ayant pour but de le transformer en une poudre fine et bien homogène.

La matière est d'abord *séchée* sur des taques en fonte chauffées, par en dessous, au moyen de la vapeur

de décharge des machines. Elle est ensuite soumise à un *concassage* à l'aide de concasseurs à mâchoires ou à plateaux coniques munis de dents.

Lors du séchage, on procède à un *second triage*, suivant le degré de blancheur; le poussier séparé fournit la qualité inférieure.

Après concassage, la matière est *lavée* dans un



Fig. 44. — Atelier de concassage, lavage et séchage du sulfate de baryte.

cylindre animé d'un mouvement de rotation, puis *séchée* soit sur des taques, comme précédemment, soit dans un séchoir rotatif, desservi par un foyer spécial.

La grenaille doit encore subir un *broyage* dans un moulin à plateaux à dents plus petites, jusqu'à ce que la grosseur ne dépasse pas celle d'un grain de maïs.

La matière passe alors à la mouture, qui s'effectue au moyen de meules horizontales. Pour la qualité supérieure, cette mouture est quadruple, la finesse de la poudre obtenue correspondant au tamis 300.

Le produit est ensuite mis en sacs de 100 kilogrammes ou en fûts de 300 et de 500 kilogrammes.

Quelquefois, on incorpore au sulfate de baryte, pour le blanchir, un peu de bleu d'outremer; cette addition se fait lors du second séchage.

Production. — Commerce.

Il existe, en Belgique, quatre usines de préparation du sulfate de baryte; trois d'entre elles, appartenant à deux firmes, traitent le sulfate de Fleurus; la quatrième reçoit sa matière première de mines situées en Bavière et dans la province rhénanc.

La production totale du sulfate en poudre est actuellement de 26,000 tonnes par an. Plus de la moitié de cette quantité est exportée, principalement en Angleterre et, aussi, en France, en Allemagne, en Hollande, dans l'Amérique du Nord, en Chine, etc.

Le sulfate de baryte moulu est utilisé comme charge, notamment dans la fabrication du papier, de la céruse, du caoutchouc, des graisses industrielles, etc. Il sert aussi à la préparation de la litopone et de quelques autres produits chimiques tels que l'aluminate de baryum, etc.

Les prix diffèrent beaucoup suivant la finesse et la blancheur du produit; ils peuvent varier de 23 à 60 francs la tonne.

Le nombre total des ouvriers employés dans la préparation du sulfate de baryte est de 85.

Pour le travail d'extraction du sulfate brut, on

compte 180 ouvriers; ceux-ci sont payés à la pièce et reçoivent, suivant le cas, de 6 à 8 francs par *cense*, mesure locale représentée par un volume de $2^{m}30 \times 2^{m}30 \times 0^{m}50$ (hauteur), soit environ $2^{m^3}645$, correspondant à un poids de 6,000 kilogrammes.

La force motrice nécessaire aux diverses opérations des usines de préparation est considérable; elle dépasse 900 chevaux. Le fonctionnement des pompes aux puits d'exhaure exige environ 60 chevaux.

3° Borax et acide borique.

Il existe en Belgique une usine qui s'occupe de la fabrication du borax ou borate de soude et de l'acide borique. Le premier de ces produits est surtout utilisé dans les émailleries et les cristalleries, le second dans la fabrication de la faïence et de la porcelaine, ainsi qu'en droguerie.

La matière première employée à la fabrication du borax est l'*ulexite* ou *boronatrocalcite*. Ce minerai, qui est exploité dans la région des Andes de la République Argentine, est du borate double de soude et de chaux; il contient en moyenne 39 p.c. d'acide borique, 12 p.c. de chaux vive et 7 p. c. de soude caustique, le reste étant représenté par de l'eau et diverses impuretés (matières terreuses, chlorure et sulfate de soude, etc.).

La matière, reçue en nodules, est d'abord broyée, puis traitée dans un autoclave par une solution de carbonate de soude portée à l'ébullition à l'aide de la vapeur. La solution de borax obtenue est amenée aux cristallisoirs, tandis que les résidus vont aux

filtres-presses. Le borax brut est redissous et soumis à une seconde cristallisation pour fournir le borax commercial.

Pour fabriquer l'acide borique, on traite le borax par l'acide chlorhydrique. Après décantation, la solution d'acide borique est conduite aux cristallisoirs. Les dernières opérations consistent dans l'égouttage, le pressage, le turbinage et le séchage des cristaux dans une étuve.

La production de borax est d'environ 900 tonnes par an et celle d'acide borique de 60 tonnes. Une bonne partie de ces produits est vendue à l'étranger. L'expédition se fait en sacs pour le pays et en fûts pour l'exportation.

Les prix moyens sont de 30 à 35 francs les 100 kilogrammes pour le borax et de 50 francs pour l'acide borique.

4° Silicates de soude et de potasse.

Fabrication.

Les silicates de soude et de potasse sont des verres qui s'obtiennent d'abord à l'état solide et que l'on fait ensuite dissoudre dans l'eau pour les adapter à certains usages.

La fabrication de ces composés est des plus simples.

On fait réagir dans un four à réverbère de la silice — du sable lavé, bien blanc — et du carbonate de soude ou de potasse raffiné. Celui-ci est de prove-

nance française et vaut 35 centimes le kilogramme.

Le verre ainsi formé est introduit dans une chaudière autoclave verticale pourvue d'un faux-fond en forme de grille. On fait arriver de la vapeur sous pression; puis lorsque le silicate est dissous, on ferme l'arrivée de la vapeur, on ouvre le robinet de sortie et la solution se rend d'elle-même dans des bacs de décantation couverts, d'où on la soutire dans des fûts.

Le sable employé doit être exempt de chaux et présenter un grain fin, ce qui est un indice de pureté. Le sable de la Campine est très convenable pour cette fabrication; aussi, est-il important de pouvoir se le procurer à très bas prix et par bateaux entiers.

La présence du fer donne au silicate de soude une coloration verte; pour le blanchir on ajoute dans le four une très petite quantité de sulfate de soude.

La solution marque habituellement 38° à 40° B.

Le silicate obtenu est plus ou moins neutre ou alcalin, l'alcalinité augmentant la densité; l'alcalinité dépend évidemment de la proportion suivant laquelle la soude est ajoutée au sable. Ainsi, pour obtenir le silicate neutre, on met habituellement 50 p. c. de soude et pour l'alcalin 65 p. c. et même plus.

Le silicate de potasse se distingue par sa teinte plus brune.

Production. — Commerce.

La production des deux usines belges n'est pas très importante et n'atteint pas plus de 1,800 à 2,000 tonnes

par an. Un bon tiers de cette quantité est destiné aux pays étrangers (Espagne, Portugal, Roumanie, etc.). Par contre, l'Allemagne fait une importation considérable de ce produit en Belgique.

Les silicates solides, qui se vendent parfois tels quels, sont expédiés en vrac ou en sacs de 50 et 100 kilogrammes. Les silicates liquides sont mis dans des fûts de bois de 250 kilogrammes.

Voici les valeurs des différents produits :

Silicate de soude : solide, 8 francs les 100 kilogrammes; liquide, 5 à 6 francs les 100 kilogrammes; silicate de potasse : solide, 25 à 26 francs les 100 kilogrammes; liquide, 12 fr. 50 c. les 100 kilogrammes.

Ces produits s'emploient en assez grande quantité dans la fabrication des savons en poudre, auxquels ils donnent du poids, tout en les rendant onctueux et mousseux; les savons mous et les savons durs en renferment également un peu.

RÉPERTOIRE

**Société anonyme filiale belge-néerlandaise d'aluminium*, à Selzaete.

Alumine hydratée et anhydre. Sulfate d'alumine.
Fluorure et chlorure d'alumine. Aluminate de baryte.

Établissements L. de Laminne (société anonyme), à Ampsin.

Alun de potasse ordinaire, épuré et chimiquement pur.
Sulfate d'alumine.

**Société anonyme des produits chimiques de Droogenbosch*, à Ruysbroeck.

Alun de potasse.

Warnier et Leroux, à Baelen-Wezel.

Acide fluorhydrique, fluorure double d'alumine et de soude (cryolithe artificielle, opaline).

---

* Les établissements marqués d'un astérisque sont ceux qui figurent dans plusieurs groupes d'industries.

******Société anonyme des engrais concentrés*, à Engis.

Superphosphates doubles. Plâtre phosphaté.
Acide phosphorique. Phosphate de potasse.
Phosphate bicalcique précipité.

**Union des produits chimiques*, à Hemixem.

Superphosphates doubles.

**J. P. Meyers*, à Schaerbeek-lez-Bruxelles.

Superphosphates doubles. Phosphate bicalcique précipité.
Phosphate de soude.

Société anonyme des produits chimiques industriels, à Haren.

Acide phosphorique liquide, pâteux et solide.
Phosphates d'ammoniaque, de soude et de potasse.

J. Descamps et Cie, à Angre.

Phosphore blanc et amorphe. Plâtre phosphaté.
Phosphure de cuivre.

Debbaudt frères et Cie, à Cureghem-lez-Bruxelles.

Céruse, minium, massicot, mine orange.

Jenart-Lagae, à Heule-lez-Courtrai.

Céruse en poudre et broyée.

De Craene et fils, à Waereghem.

Céruse en poudre et broyée.

Albert Van Lerberghe, à Courtrai.

Céruse en poudre et broyée.

Auguste Boulez, à Courtrai.

Céruse en poudre et broyée.

Verschraegen frères, à Gand.

Céruse en poudre et broyée.

Arthur Robbrecht Laleman, à Thielt.

Céruse en poudre et broyée.

Société anonyme des mines et usines de la Vieille-Montagne, à Hollogne-aux-Pierres.

Blanc de zinc en poudre et broyé.

Société anonyme des produits chimiques de Wilsele, à Wilsele-lez-Louvain.

Litopone en poudre et broyée.

Destrée et Cie, à Haren.

Bleu d'outremer pur et réduit.

L'Ultramarine (société anonyme), à Melle-lez-Gand.

Bleu d'outremer, bleu, vert, violet, rouge.

Edmond Block, à Gentbrugge-lez-Gand.

Bleu d'outremer.

F. Wargny et Cie, à Dampremy.

Colcotar.

..., à Mornimont.

, à Auvelais.

..lcotar.

Société anonyme des minières de la Meuse, à Sclaigneaux.

Minium de fer cru.

Rossignol et Leclercq, à Seilles.

Minium de fer cru.

Société anonyme des miniums de fer de Francorchamps, à Francorchamps.

Miniums rouge, brun et noir. Ocres.

Dardenne, Mahaux et Servais, à Saint-Fiacre (Namur).

Minium, ocres et terres à couleurs.

A. Sablon-Sauvegarde, à Walcourt.

Minium, ocres et terres à couleurs.

Société anonyme d'Auderghem (N. Légot, successeur), à Auderghem.

Minium et ocres de toutes nuances, en poudre et broyées à l'huile.

De Keyser frères, à Laeken-lez-Bruxelles.

Ocres.

Louis Schulte, à Liers.

Colcotar, rouge oxyde, minium, terre de Sienne, noir d'ivoire, vert et jaune de chrome, vert à la chaux, vert de zinc, couleurs en poudre et en pâte.

Laureys, frères, à Molenbeek-lez-Bruxelles.

Verts de chrome au sulfate de baryte et au blanc de zinc.

Vert de Schweinfurth.

Société anonyme « L'Oxydrique », à Molenbeek-lez-Bruxelles.

Oxygène et hydrogène comprimés.

Oscar Gœbel, à Flémalle-Haute.

Anhydride sulfureux liquide.

Stoopen et Meeus, à Borgerhout-lez-Anvers.

Bleu de Prusse, vert et jaune de chrome, vert de zinc, vert à la chaux.

Société anonyme Anglo-Belge pour la fabrication des vernis anglais, à Hoboken-lez-Anvers.

Bleu de Prusse, vert et jaune de chrome, vert de zinc.

Oscar Deschamps, à Anvers.

Vert de chrome.

Société générale des peintures hygiéniques, à Châtelet.

Lilium et rutilium, couleurs minérales remplaçant la céruse et le minium.

La Carbonique (société anonyme), à Molenbeek-lez-Bruxelles.

Acide carbonique liquide. Magnésie calcinée.

L'acide carbonique pur (société anonyme), à Molenbeek-lez-Bruxelles.

Acide carbonique liquide.

L. Meeus, à Wyneghem.

Acide carbonique liquide.

Bruno Lebrun, à Nimy.

Ammoniaque anhydre.

**Solvay et Cie*, à Havré-Ville.

Ammoniaque anhydre.

Koch et Reis, à Anvers.

Soufre raffiné en canons, en fleur et sublimé.

Edouard Brunard, à Fleurus.

Sulfate de baryte.

J. Quinet, à Fleurus.

Sulfate de baryte.

Baudier et Cie (société anonyme), à Visé.

Sulfate de baryte.

Compagnie internationale des borax, à Loth.

Borax et acide borique.

H. Deprez et Cie, à Châtelineau.

Silicates de soude et de potasse solides et liquides.

A. Carlier et L. Vranckx, à Merxem.

Silicates de soude et de potasse solides et liquides.

QUATRIÈME PARTIE

PRODUITS EXTRAITS DE LA HOUILLE ET DU BOIS ET AUTRES COMPOSÉS ORGANIQUES. PRODUITS POUR LABORATOIRES.

Renseignements généraux.

Nous plaçons dans le quatrième groupe tous les corps — la plupart de composition organique — que l'on retire de la houille et du bois. De là, deux grandes catégories de produits tirant leur origine respectivement de chacune de ces deux matières premières.

Dans l'une et l'autre de ces classes, nous distinguerons les substances qui sont extraites *directement*, soit par voie sèche, soit par voie humide, de la houille et du bois, et les produits *dérivés*, fabriqués avec les matières précédentes, reprises et soumises à un traitement subséquent.

La fabrication de quelques autres corps organiques, ne rentrant dans aucune des catégories précédentes, trouve naturellement sa place ici.

Enfin, nous terminons notre travail en consacrant

un chapitre à l'industrie spéciale, d'ailleurs assez peu importante chez nous, des produits chimiques purs pour laboratoire et des préparations pharmaceutiques.

Nous établissons donc, comme suit, les sommaires des différents chapitres qui constituent la quatrième partie :

I. *Sous-produits directs de la distillation de la houille :* Graphite. Matières épurantes épuisées. Eaux ammoniacales. Goudrons. Benzols bruts.

II. *Produits secondaires de la distillation de la houille :*

A. — *Traitement des matières épurantes épuisées :* Ferrocyanure de sodium. Sulfocyanure de potasse et d'ammoniaque.

B. — *Traitement des eaux ammoniacales :* Ammoniaque. Sulfate d'ammoniaque.

C. — *Distillation des goudrons :* Benzol. Benzène. Toluène. Pyridine. Acides phénique et crésylique. Naphtaline. Créosote. Anthracène. Brai. Produits divers. Produits dérivés.

III. *Produits extraits directement du bois :*

A. — *Par voie humide :* Extraits tanniques. Salicine.

B. — *Par voie sèche* (*distillation*) : Charbon de bois. Alcool méthylique. Acétates de chaux et de soude. Pyrolignite de fer. Goudron. Brai.

IV. *Produits secondaires de la distillation du bois :*

A. — Dérivés de l'alcool méthylique : Formaldéhyde. Trioxyméthylène. Hexaméthylène tétramine.

B. — Dérivés de l'acétate de chaux : Acétone. Chloroforme. Acite acétique.

C. — Dérivés du goudron végétal : Créosote et sels de créosote. Gaïacol et sels de gaïacol.

V. *Produits organiques divers :* Ethers sulfurique et acétique. Nitrocellulose. Collodion. Aldéhyde et paraldéhyde acétiques.

VI. *Produits chimiques purs*, minéraux et organiques, pour laboratoire, médecine et photographie. Préparations pharmaceutiques diverses.

Parmi les établissements dont nous allons nous occuper, nous rencontrons d'abord toutes les usines à gaz du pays [1].

Viennent ensuite les installations de fours à coke à récupération. A quelques exceptions près, ces fours appartiennent aux sociétés exploitant les charbonnages. Celles-ci fournissent le charbon et reçoivent le coke; les sous-produits récupérés sont traités à part

---

(1) Nous nous abstenons toutefois de les citer au complet dans le répertoire, vu que le principal objet de leur activité est la fabrication du gaz d'éclairage, et qu'elles livrent généralement leurs sous-produits sans leur faire subir aucune préparation. Nous ne tiendrons compte que de celles qui soumettent ces derniers à un traitement spécial (concentration des eaux ammoniacales, fabrication du sulfate d'ammoniaque).

dans de petites usines-annexes, le plus souvent pour le compte de sociétés spéciales, suivant certaines conventions. Dans notre étude, nous n'envisageons que ces dernières, bien que la récupération des sous-produits comporte des appareils spéciaux dont le fonctionnement exige une main-d'œuvre et une force motrice supplémentaires. Mais l'ensemble des installations de ces fours est plutôt du ressort de la métallurgie.

Les établissements présentant à plus juste titre le caractère de fabriques de produits chimiques sont ceux qui s'occupent de la distillation des goudrons et du traitement de leurs sous-produits; ceux qui retirent les produits du bois par extraction ou par distillation; enfin, ceux qui mettent en œuvre les matières ainsi obtenues ou s'occupent de la fabrication des autres substances organiques.

Pour l'ensemble, nous arrivons à un total de 65 établissements. Six de ceux-ci ont déjà figuré dans l'un des groupes précédents; pour deux firmes, la fabrication des produits chimiques ne constitue qu'une branche accessoire, l'objet principal de leur activité étant la production de la poudre.

Si nous cherchons à nous rendre compte de l'importance de ces usines, nous constatons que 4 d'entre elles occupent un personnel de 100 à 150 ouvriers et 5 autres un personnel de 50 à 100 ouvriers. Dans ces divers établissements, la force motrice utilisée varie de 30 à 500 chevaux.

La puissance motrice globale dont dispose l'ensemble de ces industries est d'environ 2,000 chevaux,

et le nombre total d'ouvriers qui y trouvent du travail s'élève à près de 1,400.

Ajoutons que la capacité de production des générateurs est de beaucoup supérieure à celle exigée par le fonctionnement des moteurs; la vapeur est, en effet, largement mise à contribution dans un grand nombre d'opérations.

On n'a recours au travail des femmes que pour certaines manipulations relatives à l'emballage de quelques produits.

Aucune remarque n'est à faire concernant les salaires; ils ne diffèrent pas de ceux des autres industries chimiques.

Peu de travaux sont organisés à la tâche; on ne rencontre guère ce système de rémunération que dans quelques distilleries de bois.

Les usines à gaz qui traitent leurs sous-produits sont celles qui desservent de grands centres de population.

Les fours à récupération se trouvent naturellement dans les bassins houillers.

Les principales usines qui travaillent les goudrons sont situées dans le bassin de Charleroi et près des grandes voies navigables du Nord de la Belgique.

Quant à la distillation du bois, elle ne peut s'exercer que dans les régions qui renferment des forêts : en Ardenne et dans l'Entre-Sambre-et-Meuse.

Les maisons qui s'occupent des produits pour laboratoire et pharmacie sont, pour la plupart, installées à Bruxelles et dans les environs.

I. — SOUS-PRODUITS DE LA DISTILLATION DE LA HOUILLE.

Matières premières.

La distillation de la houille peut être pratiquée en vue de deux buts principaux. Elle peut avoir pour objectif la production du gaz d'éclairage ou bien celle du coke nécessaire aux besoins de la métallurgie.

A. — Usines à gaz.

On compte actuellement en Belgique 67 usines à gaz en fonctionnement; leur importance, naturellement fort variable, dépend de la population des centres qu'elles sont appelées à desservir.

On emploie, pour la fabrication du gaz, des charbons spéciaux, dit *charbons à gaz*, contenant une forte proportion de matières volatiles.

Ces charbons proviennent en partie du bassin de Mons. La Belgique est loin de pouvoir fournir tout le charbon nécessaire à la consommation des usines à gaz du pays. Aussi en fait-on venir des quantités considérables d'Allemagne, de France et d'Angleterre. La proportion pour laquelle ces différents pays interviennent dans cette importation varie d'une année à l'autre; elle dépend de la situation du marché charbonnier et de l'importance du fret par eau, lequel diffère suivant les saisons et l'intensité des transports.

D'une façon générale, on peut dire que les usines

situées dans le centre du pays et à distance modérée du bassin houiller de Mons emploient du charbon belge. Les usines des Flandres, grâce aux facilités de communication par eau avec le Nord de la France et au fret avantageux (en moyenne 2 fr. 20 c. par tonne), se fournissent de préférence dans le bassin du Pas-de-Calais, dont la forte production assure une alimentation constante.

Les usines placées près de notre frontière de l'Est ont souvent avantage à consommer du charbon allemand ; il en est de même de celles établies à proximité d'une voie navigable permettant l'arrivée des grands bateaux d'intérieur de 800 à 1,000 tonnes, effectuant le transport à un fret qui ne dépasse pas 1 fr. 60 c. par tonne.

Quant au charbon anglais, son importation est assez limitée, en raison surtout du transbordement sur allège, qui à lui seul exige 90 centimes par tonne.

Voici, à titre de renseignement et d'une façon approximative, comment se répartissaient les provenances des divers charbons distillés pendant l'année 1903 :

Charbons belges	212,000	tonnes.
» français	157,000	»
» allemands	278,000	»
» anglais	53,000	»
Total	700,000	tonnes.

Cette quantité de charbon correspond approximativement à une production de 196 millions de mètres cubes de gaz et de 480,000 tonnes de coke.

Le charbon acheté par les usines à gaz est généralement du tout-venant à 20 à 25 p. c. de gros, revenant à 12 ou 13 francs à l'usine.

B. — Fours à coke.

Le nombre d'installations de fours à coke où l'on tire parti des sous-produits est actuellement de 15, se décomposant comme suit :

Système	Semet-Solvay. .	12	batteries	comprenant	761 fours.
»	Evence Coppée .	2	»	»	114 »
»	Colin	1	»	»	36 »

Une autre batterie de fours Colin est actuellement en construction.

La capacité de production des fours est de 1,200, 1,500 et 1,800 tonnes de coke par an.

Les charbons utilisés sont le plus souvent de provenance belge; ils sont moins riches en matières volatiles que les charbons employés pour la fabrication du gaz; ils en contiennent généralement de 16 à 24 p. c. Certaines installations, placées à proximité de la mer et des grandes voies navigables, reçoivent du charbon allemand plus riche, dont la teneur en matières volatiles va jusque 32 p. c.

Nous estimons à 1,700,000 tonnes la quantité de charbon distillée annuellement dans les fours à coke à récupération des sous-produits, et à 1 million 250,000 tonnes la quantité de coke qu'ils produisent.

PROCÉDÉS DE FABRICATION.

A. — Usines à gaz.

Le gaz provenant des cornues de distillation est, par une série d'opérations, débarrassé des impuretés qui le souillent et dont la présence nuit aux qualités requises pour un bon éclairage.

Ces impuretés, recueillies séparément à l'aide d'appareils et de procédés appropriés, constituent des sous-produits ayant une certaine valeur commerciale, non seulement à cause de leurs applications immédiates, mais encore par suite de leur utilisation comme matières premières pour la fabrication de nombreux composés d'une importance industrielle considérable.

Ces sous-produits sont :

Le *goudron*, qui se sépare pendant son parcours dans les appareils de condensation;

Les *eaux ammoniacales*, qui se forment par l'abandon de l'ammoniaque, lors du passage du gaz à travers les appareils laveurs;

L'*oxyde de fer*, qui sert à l'épuration finale du gaz; cette matière absorbe l'hydrogène sulfuré et les composés de l'azote, tels que : le cyanogène et l'ammoniaque.

Enfin, le *graphite*, charbon à un haut degré de pureté, qui se dépose peu à peu et en quantité minime sur les parois intérieures des cornues.

B. — Fours à coke à récupération.

Lorsqu'on distille la houille en vue de la production du coke métallurgique, on peut suivre deux procédés différents.

Dans l'ancienne méthode, les gaz provenant de la distillation s'échappent librement dans l'atmosphère, après avoir simplement traversé par des tuyaux intérieurs, des générateurs auxquels ils abandonnent une partie de leur chaleur.

La seconde méthode consiste dans l'emploi des fours dits *à récupération*. Dans ce système, les gaz s'échappant des fours sont recueillis et débarrassés de certaines substances utiles; après quoi ils sont employés au chauffage même des fours et, avant de se rendre dans la cheminée, ils servent encore à produire une certaine quantité de vapeur. Il est inutile de faire ressortir les avantages économiques qui résultent de cette façon rationnelle de travailler.

Plusieurs systèmes de fours à récupération sont en fonctionnement en Belgique. Ils diffèrent surtout entre eux par la disposition donnée aux carneaux et autres parties du four, par les mécanismes de chargement et de défournement, etc. Nous n'insisterons pas sur ces détails, qui sortent du cadre de notre travail.

Le système qui a reçu le plus grand nombre d'applications est celui des fours Semet-Solvay.

Voici comment, dans les installations de ce genre, on procède pour recueillir les différents sous-produits.

Les gaz de la distillation, aspirés par des extrac-

pour la fabrication des crayons électriques pour lampes à arc et des charbons de pile. Sa valeur n'atteint guère que 7 francs les 100 kilogrammes.

2° Matières épurantes épuisées.

On emploie, comme matière épurante du gaz d'éclairage, des oxydes de fer, à la richesse de 40 p. c. environ, plus ou moins tourbeux et pulvérulents. Ces terres viennent des environs de Tirlemont et du nord de la province de Limbourg; on en importe aussi de Hollande. Ces dernières sont considérées comme meilleures et reviennent à 19 et 20 francs la tonne rendue dans une usine du centre, alors que les oxydes du pays ne valent que 14 francs.

Par suite du passage du gaz dans les appareils d'épuration, l'oxyde de fer s'imprègne de composés de soufre, de cyanogène, et souvent de sels ammoniacaux, lorsque le lavage du gaz n'a pas été complet.

La quantité d'oxyde de fer nécessaire à l'épuration du gaz varie suivant la qualité de la matière et le plus ou moins de méthode apporté dans les opérations. Cette quantité peut aller de 5 à 11 kilogrammes par tonne de charbon distillé. On peut, toutefois, évaluer à 4,000 ou 5,000 tonnes la quantité totale de matière épurante consommée par an dans les usines à gaz du pays.

Après épuisement, une grande partie de cette matière épurante est vendue comme engrais azoté; on en exporte en France pour cet usage. Elle se paie à raison de 1 franc le kilogramme d'azote. Cet engrais

3° Eaux ammoniacales.

Les eaux ammoniacales obtenues par le lavage du gaz provenant de la distillation du charbon ont généralement une densité de 2° à 3° B. La teneur en ammoniaque est assez variable; toutefois, on peut admettre comme moyenne 1.300 kilogramme par hectolitre; les neuf dixièmes de cette teneur sont représentés par des composés volatils et un dixième par des sels fixes.

Quant au rendement, il diffère suivant la composition du charbon, la façon de conduire le travail et le plus ou moins de perfection du lavage. En général, on peut compter, par tonne de charbon distillé, une production de 3 à 4 hectolitres d'eau ammoniacale ramenée à 1° B. En moyenne, cela donne environ 8,400,000 hectolitres-degrés par an. A cette quantité, il faut ajouter environ 400,000 hectolitres-degrés d'eau ammoniacale provenant des distilleries de goudron, ce qui fait un total de 8,800,000 hectolitres-degrés.

Si l'on veut estimer la valeur de cette eau en ammoniaque, on arrive au chiffre total de 5,000 tonnes en se basant sur une moyenne de 2 kilogrammes d'ammoniaque par tonne de charbon distillée et une teneur de 500 grammes par hectolitre-degré.

Cette quantité d'ammoniaque n'est pas entièrement utilisée, car un certain nombre de petites usines à gaz et quelques distilleries de goudron ne tirent aucun parti de leurs eaux.

Dans beaucoup de localités, les eaux ammoniacales sont vendues à l'agriculture, pour être mélangées avec

le purin ou avec d'autres engrais; leur valeur fertilisante est représentée par 1 p. c. d'azote environ. Le prix habituel est de 25 centimes par hectolitre; dans les endroits où la culture maraîchère est très développée, il atteint 50 centimes et même 60 centimes l'hectolitre.

La plus grande partie des eaux ammoniacales est utilisée pour la fabrication de la soude Solvay, de l'alcali volatil, du sulfate, du nitrate et du phosphate d'ammoniaque et de divers autres sels, de l'ammoniaque anhydre, des cyanures, etc.

Le prix des eaux ammoniacales se détermine d'après leur teneur en sels volatils et en sels fixes. On se base sur le cours du sulfate d'ammoniaque et l'on adopte des nombres conventionnels pour les frais de transformation des sels fixes et des sels volatils en sulfate.

4° Goudrons.

Les goudrons séparés du gaz par les condenseurs sont recueillis dans des citernes et séparés, par décantation, des eaux ammoniacales qui les accompagnent. Toutefois, ils ne peuvent pas être totalement expurgés et, lorsqu'ils sont livrés aux acheteurs, ils contiennent généralement de 5 à 10 p. c. d'eau.

La production annuelle de goudron est d'environ 34,200 tonnes pour les usines à gaz et de 22,500 tonnes pour les fours à récupération, soit un total de 56,700 tonnes, entièrement utilisées dans le pays.

La presque totalité de ces goudrons est destinée à la distillation, industrie spéciale que nous examinons

ci-après. Le reste reçoit des applications variées, dont les plus importantes sont : la conservation des matériaux de construction, la fabrication d'enduits désinfectants et d'enduits imperméables pour toitures (cartons et toiles goudronnées), le revêtement des convertisseurs dans le procédé Thomas-Gilchrist (fabrication de l'acier), le goudronnage des chaussées, la préparation du coaltar, antiputride employé en médecine pour le pansement des plaies purulentes, etc.

Le goudron se transporte le plus souvent par wagons-citernes, quelquefois par bateaux-citernes. Le prix, sujet à de grandes fluctuations, est réglé par le marché de Londres; il dépend de la valeur des sous-produits qu'on en retire et dont l'Angleterre est la grande productrice. Il varie actuellement entre 25 et 35 francs, suivant la qualité, le degré d'hydratation, l'éloignement des distilleries de goudron, les facilités de chargement et de transport, etc.

5° Benzols bruts.

Ainsi que nous l'avons vu, les benzols bruts sont des hydrocarbures légers extraits directement des gaz provenant de la distillation du charbon dans les fours à récupération. Mais, on retire également ces produits des huiles légères obtenues dans la distillation des goudrons.

Nous reviendrons sur ce sujet lorsque nous parlerons de cette dernière industrie.

II. — PRODUITS SECONDAIRES DE LA DISTILLATION DE LA HOUILLE.

A. — Traitement des matières épurantes épuisées.

L'oxyde de fer ayant servi à l'épuration du gaz contient certains composés de cyanogène, de soufre et d'ammoniaque, dont la proportion varie suivant la façon de conduire le travail dans les usines. Ce sont : d'abord, un cyanure double, insoluble, de fer et d'ammoniaque, puis, du sulfocyanure d'ammoniaque.

Plus le lavage du gaz aura été parfait, plus la proportion du cyanure sera grande et le rendement en ferro-cyanure ou bleu de Prusse considérable. Au contraire, un lavage incomplet du gaz donnera moins de cyanure double et plus de sulfocyanure.

La teneur en sulfocyanure va de 8 à 14 p. c., suivant le nombre de revivifications que l'on fait subir à la matière.

On ne fabrique pas de bleu de Prusse en Belgique, mais, il existe une usine qui traite les matières épurantes épuisées pour en retirer les composés suivants : ferrocyanure de soude, sulfocyanure double de potasse et d'ammoniaque, sulfocyanure d'ammoniaque.

1° Ferrocyanure de soude.

Les matières sont d'abord lavées. Les eaux qui proviennent de cette opération sont jetées, à moins

qu'elles ne contiennent une proportion suffisante d'ammoniaque pour permettre l'extraction du sulfocyanure d'ammoniaque.

Les matières lavées sont ensuite traitées par la chaux vive, qui décompose le ferrocyanure double, élimine l'ammoniaque et donne du ferrocyanure de calcium soluble. La masse est soumise à des lavages méthodiques et le liquide résultant est traité par la soude; le ferrocyanure de calcium est transformé en ferrocyanure de soude, que l'on fait cristalliser après concentration.

Au cours de ces opérations, il se forme du sulfate de soude, qu'on utilise ensuite au lieu de carbonate.

La quantité de ferrocyanure de soude que l'on produit ainsi est de 250 à 300 tonnes par an; elle est presque toute exportée en Allemagne, en Angleterre et aux États-Unis.

Ce produit, qui se met en barils de bois de 300 à 500 kilogrammes, vaut 85 francs les 100 kilogrammes.

La matière épurante ayant servi à l'extraction du ferrocyanure est séchée et moulue très fin. Elle est utilisée comme poudre insecticide et est exportée en France et en Algérie pour le traitement de la vigne. Elle est vendue 2 francs les 100 kilogrammes; on en produit environ 1,500 tonnes par an.

2° Sulfocyanure d'ammoniaque.

Le sulfocyanure d'ammoniaque, qui est passé en solution dans les eaux de lavage des matières, peut

être extrait, soit sous forme de sulfocyanure double de potasse et d'ammoniaque, soit à l'état de sulfocyanure simple. Pour le premier, on traite les eaux par du carbonate de potasse. Les solutions sont concentrées et l'on sépare les sels par cristallisation.

Le sulfocyanure double de potasse et d'ammoniaque est un engrais titrant 4 à 5 p. c. d'azote et 4 à 5 p. c. de potasse. Il se vend à raison de 5 fr. 50 c. le sac de 100 kilogrammes. Pour l'utiliser, il faut observer les mêmes précautions qu'avec la matière épuisée brute.

La production annuelle est d'environ 2,000 tonnes, dont 500 tonnes sont vendues en Belgique; le reste est expédié à l'étranger, principalement dans l'Amérique du Nord.

Quant au sulfocyanure d'ammoniaque, la fabrication est à ses débuts et, partant, encore peu considérable. Il est vendu comme engrais titrant 6 à 7 p. c. d'azote.

B.— Traitement des eaux ammoniacales.

Les eaux ammoniacales faibles, recueillies dans les usines à gaz, sont généralement concentrées et alors employées pour la fabrication du sulfate d'ammoniaque, de la soude Solvay, etc. On peut, en outre, leur faire subir une épuration et l'ammoniaque porte alors dans le commerce le nom d'*alcali volatil;* il est affecté à de nombreux usages industriels.

1° Ammoniaque.

Fabrication.

a. — Concentration des eaux.

Dans quelques usines, les eaux ammoniacales traversent tout d'abord une tour de filtration remplie de coke, dans laquelle sont retenues les dernières traces de goudron entraîné. Elles passent ensuite par un compteur à eau, pour être mesurées.

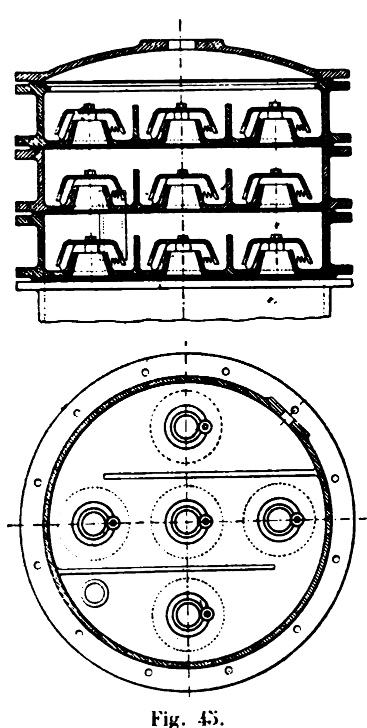


Fig. 45.
Disposition intérieure d'une colonne verticale de concentration.

Avant d'entrer dans l'appareil de concentration, les eaux parcourent un avant-chauffeur. Celui-ci peut être simplement constitué par un simple bac garni d'un serpentin alimenté par la vapeur de décharge. Les eaux qui en sortent sont portées à une température de 70° C. environ. Dans les installations plus perfectionnées, l'avant-chauffeur est formé de deux cylindres contenant chacun un tuyau à ailettes. Les eaux ammoniacales faibles circulent autour des ailettes, tandis

que les eaux épuisées, échauffées par leur passage dans l'appareil de concentration, coulent en sens inverse dans l'intérieur des tuyaux.

Les appareils de concentration sont *verticaux ou* horizontaux; les uns et les autres sont d'ailleurs *basés*

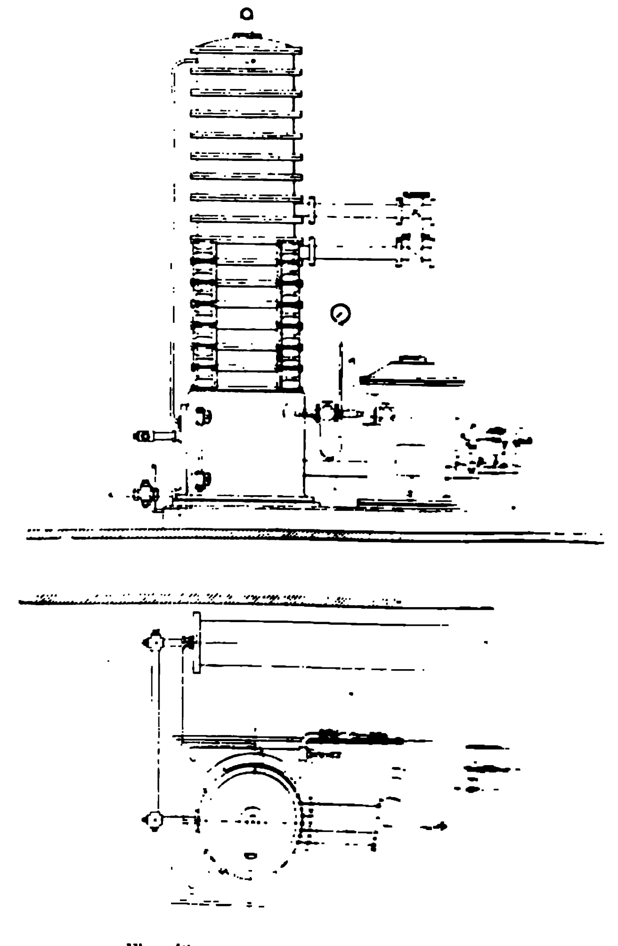


Fig. 46. — [illegible]

sur le même principe. Ce principe consiste à faire parcourir l'appareil en sens inverses par les eaux ammoniacales et par un courant de vapeur, en prolongeant le contact des deux fluides le plus longtemps possible. La vapeur se charge ainsi de plus en plus d'ammoniaque jusqu'à sa sortie, tandis que les eaux s'épuisent progressivement.

La colonne verticale de concentration la plus simple consiste en un cylindre rempli de coke.

On emploie plus généralement des colonnes divisées en compartiments superposés communiquant entre eux par une ou plusieurs ouvertures tubulaires surmontées de cloches. L'eau ammoniacale, introduite par la partie supérieure, descend successivement d'un compartiment à l'autre par l'intermédiaire d'un trop-plein; en même temps, des chicanes l'obligent à faire un circuit horizontal. La vapeur s'élève de bas en haut et, pour pénétrer dans chaque compartiment, elle est obligée de barboter dans la couche d'eau qui se trouve au fond.

Pour enlever l'ammoniaque des sels fixes, il est nécessaire de transformer ceux-ci en sels volatiles. Dans ce but, on oblige les eaux à quitter la colonne vers le milieu de la hauteur et on les conduit jusqu'au fond d'un bac contenant un lait de chaux; après quoi, elles retournent à la colonne et reprennent leur marche descendante.

L'appareil horizontal Solvay consiste en une longue chaudière horizontale, chauffée à feu nu et divisée généralement en onze compartiments par des diaphragmes verticaux. Les vapeurs dégagées dans

chaque compartiment pénètrent dans le liquide du compartiment suivant, au moyen d'un gros tuyau plongeur dont le bord inférieur est découpé en zigzag. Les eaux ammoniacales font un trajet en sens inverse; elles passent d'une section dans l'autre par un tube horizontal débouchant dans un tuyau vertical, concentrique au tuyau plongeur, mais fermé par en bas. Dans chacun de ces tuyaux, l'eau ammoniacale se

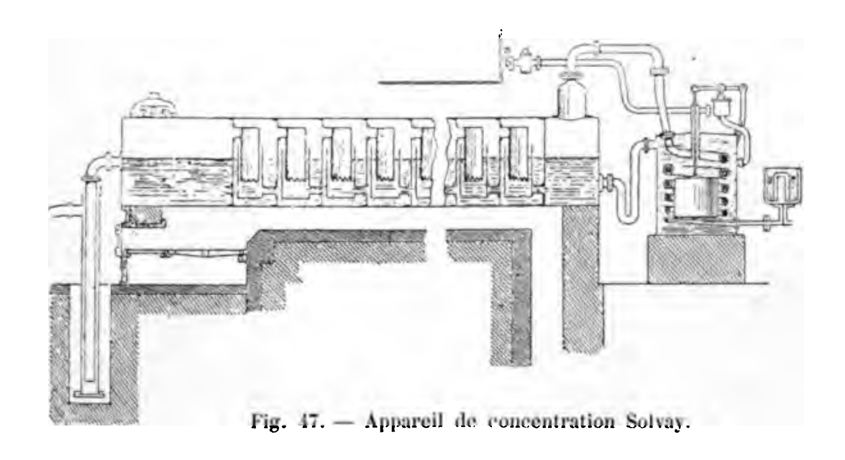


Fig. 47. — Appareil de concentration Solvay.

trouve en contact avec les vapeurs du compartiment précédent et s'épuise progressivement. Elle ne peut continuer sa route qu'en passant par-dessus les bords du vase cylindrique. Les vapeurs ammoniacales concentrées traversent, à leur sortie, un serpentin qui sert à échauffer les eaux ammoniacales brutes avant leur entrée dans l'appareil.

Avec ce système, on peut pratiquer la caustification préalable des eaux ammoniacales au moyen du carbonate de soude.

b. — Épuration.

Lorsque l'on veut obtenir de l'ammoniaque pure ou alcali volatil, les eaux concentrées doivent être complètement débarrassées non seulement de l'acide carbonique et de l'hydrogène sulfuré entraînés, mais

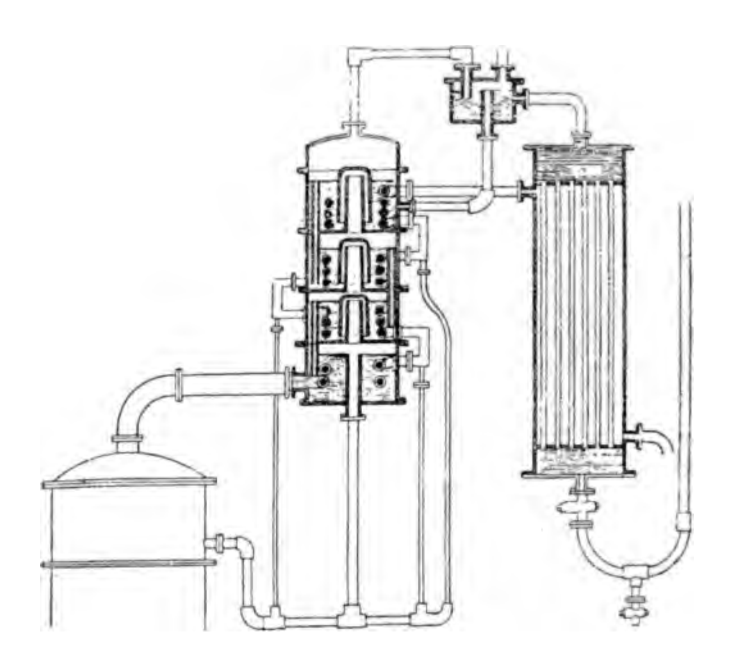


Fig. 48. — Appareil pour l'épuration de l'ammoniaque.

encore des produits organiques et empyreumatiques qu'elles renferment.

Dans ce but, il convient, dit Sorel, de mettre méthodiquement les vapeurs en contact avec un alcali qui, maintenu en excès, sert ensuite à la décomposition

des sels ammoniacaux. Les vapeurs sont ensuite épuisées méthodiquement de leurs produits empyreumatiques, soit par barbotage dans des huiles fixes, soit par le passage dans une série de cylindres contenant du charbon de bois que l'on régénère de temps en temps par calcination en vases clos.

Dans la méthode suivie à la Société Solvay, on élimine les gaz carbonique et sulfhydrique, avant de faire agir l'alcali, qui, dans ce cas, est de la soude. A cet effet, on intercale, entre la colonne de distillation et le condenseur un appareil à quatre compartiments, qui utilise la chaleur apportée par les vapeurs ammoniacales pour élever la température des eaux à épuiser, préalablement échauffée dans le condenseur.

Les vapeurs sortant de la colonne de distillation traversent, dans des serpentins, les liquides des divers compartiments. Les liquides condensés retournent à la colonne de distillation. Les gaz dégagés s'élèvent en barbotant d'un compartiment à l'autre et s'échappent finalement par un vase de sûreté.

Production. — Commerce.

Un certain nombre d'usines à gaz concentrent leurs eaux en vue de la fabrication du sulfate d'ammoniaque. Dans quelques-uns de ces établissements, la concentration se fait pour le compte et au moyen d'appareils de la Société Solvay. Cette opération se pratique, d'ailleurs, dans toutes les installations de fours à récupération et les eaux servent soit à la fabri-

cation du sulfate, soit à celle du carbonate de soude par le nouveau procédé.

La quantité totale d'ammoniaque produite et consommée comme telle peut être évaluée à environ 1,300 tonnes dont 250 sont exportées dans les pays voisins, ainsi qu'en Italie, en Espagne, en Portugal, en Asie, en Amérique et en Afrique.

L'alcali volatil se met en touries ou en fûts; sa valeur est en moyenne de 27 francs les 100 kilogrammes.

Les usages de l'ammoniaque liquide sont aussi nombreux que variés. Parmi les applications industrielles, nous citerons : le lavage des laines, la teinture, l'impression, le décatissage et le dégraissage des étoffes; la fabrication des couleurs d'aniline, ainsi que la dissolution et la préparation de certaines couleurs; la fabrication des savons, des explosifs, de la cellulose, de la soie artificielle, des produits émaillés, des perles fausses, des manchons à incandescence; le décapage des métaux, le nettoyage de l'argenterie, l'extraction des matières tannantes, la préparation d'essences aromatiques et d'autres produits chimiques. L'alcali haut titre peut servir à la production du froid. Dans le système Tellier et Morgan, on s'en sert pour la production de force motrice.

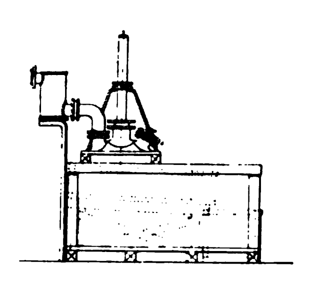
Mentionnons, enfin, les usages de l'ammoniaque dans les laboratoires, comme réactif et dissolvant; en médecine, comme caustique, vésicant et rubéfiant; en médecine vétérinaire, contre la météorisation chez les bestiaux, etc.

2° Sulfate d'ammoniaque.

Fabrication.

La fabrication du sulfate d'ammoniaque constitue une des applications les plus importantes des eaux ammoniacales. Nous avons expliqué précédemment comment s'opère la concentration des eaux. Après cette opération, on effectue la saturation au moyen de l'acide sulfurique de la manière suivante :

Les vapeurs ammoniacales sortant de la colonne de concentration sont dirigées dans un saturateur. Celui-ci est, le plus souvent, formé d'un simple bac en bois doublé de plomb, que l'on remplit d'acide sulfurique dilué à 40° B. Le sulfate d'ammoniaque, qui se forme, se dépose au fond et, lorsque l'acide est saturé, on pêche le sel, puis on le laisse égoutter sur un plancher *ad hoc;* parfois, on le turbine avant de l'emmagasiner.



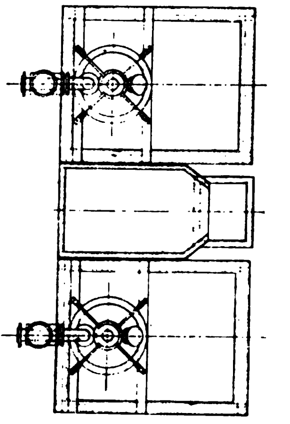


Fig. 49. — Appareil ordinaire de saturation.

L'introduction des vapeurs ammoniacales se fait par un tuyau placé au centre d'une cloche sous laquelle s'accumulent les gaz qui les accompagnent (acide carbonique, hydrogène sulfuré) et qui s'en

échappent par un tuyau, se sèchent en traversant un petit cylindre vertical muni de chicanes et se rendent ensuite dans la cheminée.

On fait souvent usage de saturateurs à travail continu. Le plus simple est constitué par un bac muni à la partie inférieure d'une vanne que l'on peut ouvrir au moyen d'un levier, quand on veut évacuer le sulfate d'ammoniaque. On renouvelle l'acide sulfurique à l'aide d'un injecteur.

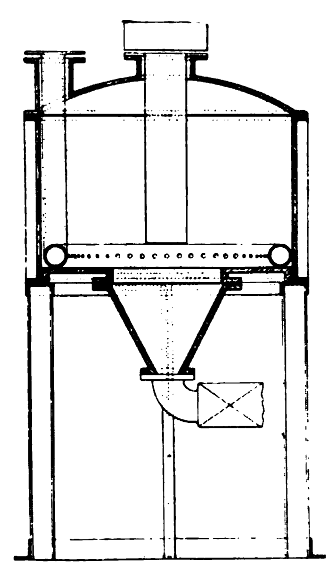


Fig. 50. — Saturateur à travail continu.

Dans un système plus perfectionné, le saturateur présente la forme d'un cylindre élevé en fonte garni de plomb et fermé à la partie supérieure. En bas il est terminé par une partie conique aboutissant à un tuyau de décharge; ce dernier est fermé par une valve que l'on manœuvre de temps à autre. Le sulfate descend, à mesure qu'il se produit, dans le réservoir conique, d'où il tombe sur l'égouttoir.

Production. — Commerce.

La fabrication du sulfate d'ammoniaque se fait dans un certain nombre d'usines à gaz; douze établissements de cette catégorie possèdent les appareils nécessaires à cet effet. Mais l'installation la plus importante

appartient à la Société Solvay & Cie, elle traite non seulement une grande partie des eaux ammoniacales provenant de ses fours à récupération, mais encore celles qu'elle achète aux usines à gaz. Une de nos distilleries de goudron est également montée pour fabriquer le sulfate d'ammoniaque.

L'ensemble de ces fabriques livrent par an 14,700 tonnes de sulfate d'ammoniaque, dont 4,000 proviennent des usines à gaz et des distilleries de goudron et 10,700 des fours à récupération. Les deux cinquièmes environ de cette production sont vendus en Allemagne, en France, en Hollande, en Suisse.

Le sulfate d'ammoniaque s'expédie en vrac ou en sacs de 100 kilogrammes. Son prix, fixé par le marché de Londres, oscille généralement entre 25 et 30 francs les 100 kilogrammes.

Le sulfate d'ammoniaque est l'engrais azoté le plus couramment employé.

C. — Distillation des goudrons.

Matières premières.

Il existe, en Belgique, six distilleries de goudron, dont deux constituent des annexes d'usines à gaz. La quantité totale de goudron qui y est traitée annuellement atteint près de 100,000 tonnes; 55,000 tonnes seulement sont fournies par la Belgique; le reste vient de l'étranger. On en importe une certaine quantité du nord de la France par chemin de fer. Les distilleries placées près des grandes voies navigables reçoivent des goudrons étrangers par bateau. Des

voiliers et des steamers d'un tonnage de 50 à 500 tonneaux vont les chercher dans les villes du littoral de la mer du Nord, de la Baltique, de l'Atlantique et jusque dans la Méditerranée.

En plus des six distilleries, il existe un établissement s'occupant spécialement du raffinage de la naphtaline et de la production de l'anthracène riche.

Procédés de fabrication.

Le goudron est formé par des hydrocarbures liquides tenant en dissolution des hydrocarbures solides. Le nombre de ces hydrocarbures est considérable, mais tous n'ont pas la même importance.

Pour les séparer, on distille d'abord le goudron en recueillant successivement et en condensant à part les vapeurs qui passent à des températures différentes; on divise ainsi le goudron en un certain nombre de produits principaux. Ceux-ci sont à leur tour soumis à une distillation fractionnée ou traités par des procédés mécaniques; on obtient alors des produits qui peuvent être livrés au commerce, soit pour être utilisés directement, soit pour servir à la préparation d'autres corps dérivés.

Premier traitement.

Lorsque l'on soumet le goudron à une distillation fractionnée, on en retire successivement la série des produits suivants :

1° Des *eaux ammoniacales;*

2° Des *essences brutes.*

Ces deux produits passent ensemble de 65° à 110°.

De 110° à 210°, la distillation s'arrête;

3° Des *huiles moyennes*, de 210° à 230°;

4° Des *huiles créosotées*, de 230° à 260°;

5° Des *huiles anthracéniques*, de 260° à 360° ;

6° Du *brai*, ou résidu plus ou moins solide.

Deuxième traitement.

Les eaux ammoniacales sont séparées des essences brutes par décantation. Elles sont jetées ou bien utilisées pour la fabrication du sulfate d'ammoniaque.

Les essences brutes, les huiles moyennes et les huiles créosotées sont reprises et distillées une seconde fois, tandis que les huiles anthracéniques sont simplement mises à refroidir. Voici les produits obtenus dans ces opérations :

1° Les essences brutes donnent par distillation :

a) des *huiles légères* ou *benzols bruts;*

b) des *huiles moyennes*, qui sont ajoutées à celles obtenues lors de la première distillation;

2° Les huiles moyennes réunies donnent par distillation :

a) des *huiles légères*, que l'on ajoute aux précédentes;

b) des huiles à *acide carbolique* ou *phénique;*

3° Les huiles créosotées, distillées seules (ou parfois en même temps que les huiles moyennes), donnent :

a) de la *créosote* (liquide);

b) de la *naphtaline brute* (solide);

4° Les huiles anthracéniques donnent par refroidissement :

a) des *huiles vertes,* qui sont souvent réunies à la créosote ;

b) de l'*anthracène brut* (solide).

Troisième traitement.

Les diverses opérations précédentes sont celles que l'on pratique généralement dans les distilleries de goudron. Dans certaines usines, les huiles légères et les huiles à acide carbolique sont soumises à une troisième distillation, afin d'en séparer les différents constituants; quant à la naphtaline brute et à l'anthracène brut, ils sont repris et traités pour obtenir la naphtaline purifiée et l'anthracène riche.

Rendement.

La proportion des différents produits obtenus par la distillation des goudrons diffère d'une usine à l'autre; elle dépend surtout de la nature de la matière première.

Les goudrons peuvent être plus ou moins déshydratés; habituellement, ils contiennent de 5 à 10 p. c. d'eaux ammoniacales. Celles-ci constituant une gêne dans les opérations, on a cherché à s'en débarrasser par un turbinage préalable des goudrons dans des appareils basés sur le même principe que les écrémeuses centrifuges, c'est-à-dire sur la séparation

mécanique des liquides par différence de densités. Ce traitement ne tend pas à se généraliser à cause de son coût élevé (60 centimes par tonne de goudron).

Les goudrons présentent aussi des différences de composition suivant que la distillation a été faite par chauffage intensif (grandes usines) ou par chauffage modéré (petites usines). Dans le premier cas, la quantité d'hydrocarbures solides ou brai est plus considérable que dans le second, mais la teneur en huiles diverses est moindre.

Il faut considérer, d'autre part, que le travail n'est pas conduit de la même façon dans toutes les distilleries. Quelques-unes se contentent d'effectuer une seule et unique distillation fractionnée. Les autres reprennent tout ou partie des premiers produits obtenus et les traitent en vue d'en retirer un plus ou moins grand nombre de produits secondaires ou raffinés.

Les résultats ne peuvent donc pas être les mêmes partout. Toutefois, voici, à titre de renseignement, un tableau qui peut être considéré comme représentant les rendements moyens obtenus par une distillation effectuée dans des conditions normales :

Eaux ammoniacales	6.00
Huiles légères	1.50
Huiles moyennes et créosotées	9.00
Naphtaline brute	10.00
Huiles vertes et lourdes	7.50
Anthracène à 35 p. c.	3.00
Brai	63.00
	100.00

Appareils employés.

La distillation du goudron s'effectue quelquefois dans des chaudières horizontales, mais plus généralement dans des alambics verticaux à fond bombé. La calotte supérieure est percée d'une ouverture pour amener le goudron et d'un trou d'homme; deux tubulures y aboutissent, l'une servant au départ des vapeurs, l'autre à l'introduction des huiles à mélanger au résidu, lorsque celui-ci est trop sec. Un arbre creux, pénétrant par le centre, descend jusqu'au point le plus bas; à cet endroit, il porte un agitateur en croix, dont les bras, creux également, épousent la forme courbe du fond. On introduit de la vapeur par l'arbre central et celle-ci s'échappe par des ouvertures percées dans les bras de l'agitateur, qui tourne lentement. En outre, des chaînes attachées aux bras raclent le fond de l'alambic et empêchent le résidu d'adhérer à la tôle.

Les produits de la distillation se rendent dans un condenseur à serpentin, puis coulent dans un réservoir mesureur. Ce dernier est muni de plusieurs robinets permettant de diriger les produits dans des bacs distincts.

Les gaz non condensés sont, à la sortie du serpentin, aspirés par un injecteur Körting et lancés dans la cheminée ou bien conduits préalablement dans des scrubbers, où ils abandonnent les derniers produits liquides qui les accompagnent.

La distillation terminée, le résidu ou brai sort par une ouverture ménagée à cet eflet vers le bas de la

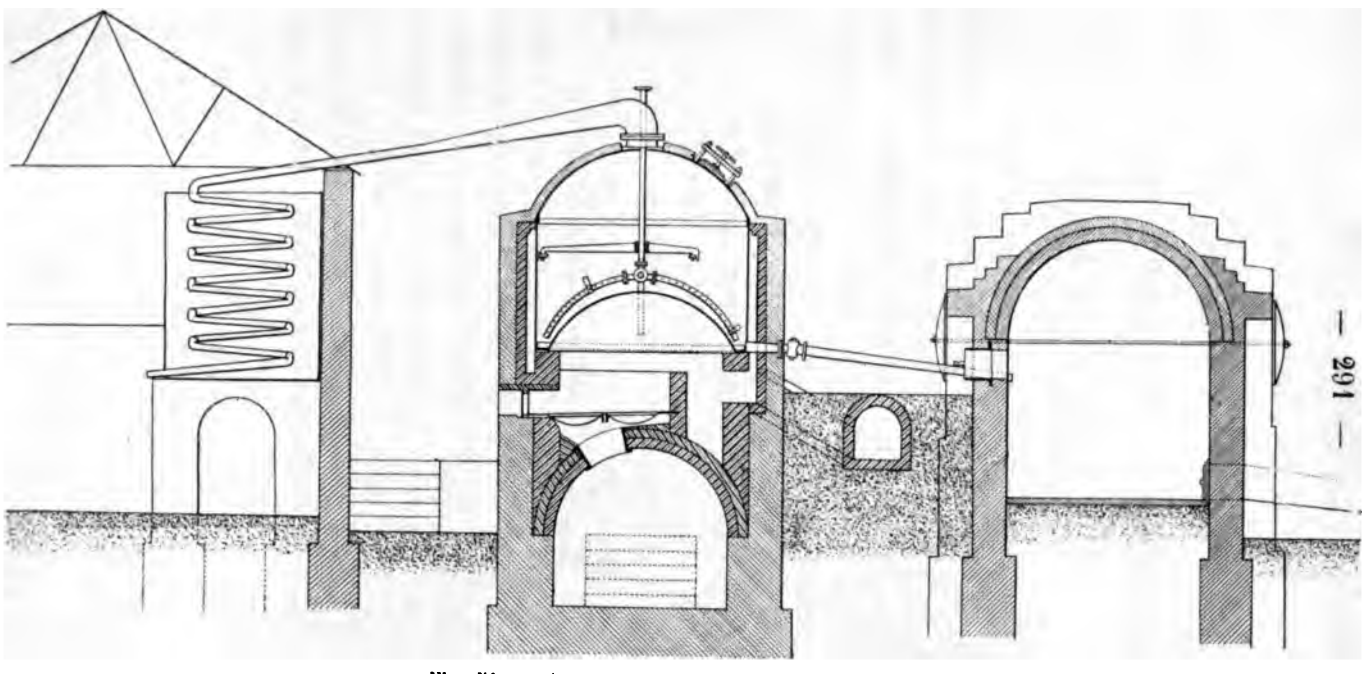


Fig. 51. — Appareils pour la distillation du goudron.

chaudière et coule dans un étouffoir pour se rendre, de là, dans des réservoirs où il se solidifie.

1° Produits retirés des huiles légères.

Benzol, benzène, toluène, pyridine.

Les huiles légères, soit qu'elles proviennent d'une seconde distillation des essences brutes et des huiles moyennes, soit qu'elles soient extraites directement des gaz des fours à récupération, peuvent être vendues, telles quelles, sous le nom de *benzol brut* ou *naphte brut*. Elles ont une densité de 16° à 18° Cartier. Leur prix est de 10 francs les 100 kilogrammes.

Elles peuvent être rectifiées ou lavées et livrées comme *benzol rectifié*, à la densité de 24° à 26° Cartier; elles valent alors 20 francs les 100 kilogrammes.

On peut aussi soumettre le benzol rectifié à une distillation fractionnée et en retirer différents produits : le *benzol à 90 p. c. et 97 p. c.*, le *benzène* (benzine), le *toluène*, le *solvent naphte;* ces corps sont des homologues, quant à leur composition chimique. Ces produits valent de 23 à 30 francs les 100 kilogrammes.

Généralement, on se contente de traiter les huiles légères pour en retirer le benzol à 90 p.c. et la benzine L'appareil employé pour cette distillation est une chaudière verticale surmontée d'une colonne distillatoire, analogue à celle qui est utilisée pour la rectification de l'alcool, et suivie d'un condenseur.

Le benzol est surtout employé pour la carburation

ou l'enrichissement du gaz d'éclairage et pour la production de force motrice.

La benzine est utilisée pour le dégraissage des étoffes.

Le benzène et le toluène purs servent à préparer l'aniline et la toluidine, points de départ de la fabrication des couleurs organiques obtenues par synthèse.

L'aniline et la toluidine sont des *amines* (composés azotés) homologues, dont le premier représentant est la *pyridine*, que l'on prépare également au moyen des huiles légères. Ce produit est employé pour la dénaturation de l'alcool. Il se vend à 150 francs les 100 kilogrammes.

Le solvent naphte est le dissolvant du caoutchouc, du phosphore, de l'iode, de la cire, du camphre, etc.

Production. — Commerce.

Les benzols bruts sont produits par nos 6 distilleries de goudrons et par 14 batteries de fours à récupération. Certaines de ces usines trouvent plus avantageux de ne pas récupérer les benzols, à cause de la faible valeur actuelle de ces produits.

La distillation des benzols n'est pratiquée que par 4 distilleries et par la Société Solvay. Deux de ces établissements seulement séparent le benzène et le toluène, matières qui sont vendues en Allemagne. Une seule distillerie fabrique la pyridine, qui est exportée dans le même pays.

La production annuelle des huiles légères et des produits dérivés est d'environ 4,800 tonnes dont

3,200 proviennent des fours à coke et 1,600 des distilleries de goudron. De cette quantité, nous exportons environ 4,000 tonnes sous différentes formes, en Hollande, en France et en Allemagne.

2° Produits retirés des huiles moyennes.

Acides phénique et crésylique.

Nous avons vu que les huiles moyennes, après séparation des huiles légères qu'elles contiennent, donnent les huiles à acide carbolique. Celles-ci sont traitées, d'abord, par une lessive de soude, puis par de l'acide chlorhydrique; elles fournissent l'*acide phénique* ou *phénol*, et l'*acide cresylique* ou *cresylol*.

On retire également l'acide phénique des benzols bruts provenant des gaz des fours à récupération, car ces benzols contiennent toujours une certaine proportion d'huiles moyennes.

De l'huile phéniquée à 40 p. c., on retire d'abord l'*acide phénique brut* à 90-95 p. c.; celui-ci peut être purifié et donner l'*acide phénique cristallisé*. Ce produit est aussi employé comme désinfectant, mais son application principale est la fabrication de l'acide picrique ou trinitrophénol, substance utilisée dans la teinture et dans la préparation de la mélinite.

Quant à l'acide crésylique, il sert à préparer la *crésylatine*, désinfectant bien connu et très employé, qui est un mélange de crésylate de soude et de naphtaline.

L'acide phénique brut est produit par deux distil-

leries de goudron et l'acide phénique cristallisé par l'une d'elles et par une autre usine de produits chimiques.

La quantité fabriquée annuellement est d'environ 250 tonnes ; elle est presque entièrement destinée à l'exportation.

Par petites parties, il est mis en flacon de 1/2 et 1 kilogramme ou en estagnons de 25 kilogrammes ; par grandes quantités, il s'expédie en wagons-citernes. Sa valeur est de 40 à 50 francs les 100 kilogrammes.

Carbonyle.

Le carbonyle est un liquide antiseptique et insecticide, à base de phénol et crésol, d'huile de résine et d'essence de térébenthine. Il est employé pour préserver le bois de la pourriture provoquée par la décomposition des matières organiques. On s'en sert dans les travaux de construction aériens, souterrains ou immergés, ainsi que pour enduire les cordages, bâches, voiles, etc.

Le produit est fourni en bidons, en tonnelets ou en fûts; il vaut de 50 à 55 francs les 100 kilogrammes.

Deux maisons s'occupent de la préparation du carbonyle. Ce produit s'exporte en certaine quantité en Hollande, au Congo, etc.

Fluid dip.

Le fluid dip est également un liquide désinfectant à base d'acide phénique, mélangé à d'autres ingrédients contenant de la soude, du soufre, etc.

L'établissement qui prépare ce produit le vend à raison de 1 fr. 25 c. le litre pour l'intérieur et 1 franc pour l'exportation. Le liquide est expédié en tines de fer-blanc ou de fer galvanisé de la contenance de 1, 2, 5, 10 gallons (de 4 1/2 kilogrammes), en fûts pétroliers de 180 litres, ou en petits fûts de 30 kilogrammes pour le pays.

La production en 1904 a été de 20,000 gallons.

3° **Produits retirés des huiles créosotées.**

Les huiles créosotées, qui, à la distillation, passent après les huiles moyennes, donnent, après condensation et refroidissement, d'une part, la *naphtaline brute* qui se dépose sous forme solide et, d'autre part, la *créosote,* qui est liquide.

Naphtaline.

Purification.

Parfois, la naphtaline sort des distilleries à l'état brut et s'exporte sous cet état en Allemagne (en vrac). Mais, le plus souvent, elle est purifiée et livrée au commerce sous différentes formes.

Cette purification s'opère de la façon suivante :

La naphtaline brute est distillée. Le résidu, égoutté, est soumis à chaud à une pression de 300 atmosphères pour en expurger les *huiles lourdes.* La naphtaline ainsi séparée est traitée, d'abord, par l'acide sulfurique, ensuite par la potasse caustique ; puis elle est

distillée une seconde fois et le produit est coulé dans des formes.

Après durcissement, les plaques sont débarrassées des parties moins blanches par ébarbage, et réduites en poudre fine ou grosse, au moyen d'un broyeur Carr; c'est la naphtaline *en grains* ou *en cristaux*.

On livre également la naphtaline moulée en boules, bâtons ou tablettes; parfois, on la fait sublimer et elle se présente alors à l'état de minces lamelles brillantes.

La naphtaline brute rend à peu près la moitié de son poids en naphtaline raffinée; le restant est formé d'huiles lourdes que l'on joint à la créosote.

La naphtaline est surtout employée pour ses propriétés insecticides; elle remplace l'eau arsénicale pour la conservation des peaux brutes. Transformée en binitronaphtol, elle forme le point de départ des couleurs d'aniline azotées (indigo synthétique). La naphtaline entre aussi dans la préparation de certains explosifs de sécurité.

Production. — Commerce.

Les six distilleries de goudron du pays produisent environ 9,000 tonnes de naphtaline brute par an. On en exporte à peu près 1,500 tonnes en Allemagne; par contre, nous en introduisons plus de 3,000 tonnes de l'étranger. Sa valeur est de 40 francs la tonne.

Le raffinage de la naphtaline est pratiqué par quatre établissements, qui livrent près de 5,500 tonnes de naphtaline raffinée par an. Les neuf dixièmes de cette

production sont expédiés à l'étranger, principalement en Allemagne.

Les qualités pour droguerie se vendent surtout en Suisse, en Turquie, en Égypte, en Chine, dans la République Argentine, etc.

Les prix diffèrent un peu suivant la forme du produit et l'emballage; la moyenne est de 15 francs les 100 kilogrammes. La naphtaline en cristaux et en poudre se vend 13 francs; la naphtaline sublimée, 16 francs; la naphtaline en billes et bougies, 18 francs par sac de 100 kilogrammes.

Mise en barils de bois blanc de 120 kilogrammes, la naphtaline se paie 2 fr. 50 c. en plus.

Les tablettes sont emballées en caisses de 50 kilogrammes.

Créosote.

Le plus souvent, sous le nom de créosote, on range non seulement les huiles séparées de la naphtaline brute par distillation et les huiles lourdes obtenues pendant le raffinage de ce produit, mais encore les huiles vertes qui se séparent par dépôt de l'anthracène brut et par compression lorsque l'on traite ce dernier pour la vente. Ainsi s'explique le fait que des distilleries de goudron obtiennent des rendements de 23 à 25 p. c. d'huiles de créosote.

Cependant ces huiles ne sont pas toutes identiques; elles peuvent, d'ailleurs, être affectées à différents usages.

Lorsque leur densité est de 1,025, elles servent

pour l'éclairage et la préparation des couleurs industrielles.

Avec une densité de 1,100 (huiles vertes), elles peuvent être utilisées pour la fabrication des graisses industrielles.

Pour le créosotage des bois, on emploie surtout de la créosote brute plus ou moins chargée de naphte.

La production totale d'huiles de créosote s'élève à environ 22,000 tonnes par an. On peut considérer que la moitié de cette quantité est destinée à l'étranger. Les compagnies françaises de chemins de fer en consomment beaucoup pour le créosotage des traverses.

Les huiles de créosote se vendent de 45 à 50 francs la tonne suivant qualité.

4° Produits retirés des huiles anthracéniques.

Huile verte.

Les huiles anthracéniques, passant en dernier lieu dans la distillation du goudron, laissent déposer l'anthracène brut par refroidissement. L'huile qui surnage est soutirée et constitue l'huile verte ou grasse, utilisée pour le graissage ou le créosotage.

Anthracène commercial.

Le dépôt solide est la *pâte d'anthracène;* elle ne contient que 10 p. c. d'anthracène pur; commercialement, la teneur doit être au moins de 35 p. c.

Pour obtenir l'anthracène commercial, on presse

d'abord la pâte à froid, à 100 atmosphères, dans une presse hydraulique verticale, puis à chaud, à plus de 300 atmosphères, dans une presse horizontale, dont les plateaux sont chauffés intérieurement par de la vapeur.

Les huiles lourdes, ainsi extraites par compression, servent au créosotage ou à la fabrication du noir de fumée; elles sont également utilisées pour absorber les huiles légères contenues dans les gaz provenant des fours à récupération et qui, après, sont retirées sous le nom de benzols bruts.

Anthracène riche.

Pour utiliser l'anthracène, les fabricants de couleurs sont obligés de l'enrichir préalablement. Des producteurs d'anthracène ont cherché à réaliser eux-mêmes cette opération. Une des distilleries du pays produit couramment de l'anthracène à 45 et 50 p. c., grâce à certain traitement dans lequel interviennent des huiles légères provenant de la distillation des goudrons de pétrole. Le prix obtenu est de 40 à 50 centimes le kilogramme.

Un autre établissement est également installé pour préparer l'anthracène à 80 p. c. par l'application d'un procédé breveté.

Voici sommairement en quoi consiste ce procédé :

On dissout d'abord à chaud la pâte anthracénique dans certains dissolvants légers. Par refroidissement, l'anthracène cristallise; on filtre, on presse et on sou-

met la masse à une distillation en vue récupérer les dissolvants légers.

L'anthracène riche ainsi obtenu doit se vendre de 90 centimes à 1 franc le kilogramme.

Production. — Commerce.

On peut estimer approximativement à 4,500 tonnes la quantité d'anthracène à 35 p. c. que peuvent fournir annuellement les distilleries de goudron.

L'anthracène est utilisé par les fabriques de couleurs dans la fabrication de la couleur jaune appelée alizarine.

La valeur commerciale de l'anthracène à 35 p. c. étant tombée en dessous de 40 centimes le kilogramme, on n'a plus d'intérêt à la préparer, car la pâte d'anthracène elle-même s'achète à raison de 35 francs les 100 kilogrammes. L'anthracène à 35 p. c. est donc actuellement sans marché.

5° Brai.

Le brai, résidu solide de la distillation du goudron, est surtout employé pour la fabrication des briquettes de charbon.

Les distilleries du pays en produisent de 60,000 à 62,000 tonnes par an. Cette quantité ne suffit pas aux besoins de nos fabriques d'agglomérés; ces dernières en font venir également de l'étranger, notamment de l'Angleterre.

La valeur du brai est de 45 francs la tonne.

6° Produits divers et produits dérivés.

Goudron raffiné.

Sous ce titre, quelques usines fournissent au commerce du goudron obtenu par la distillation du goudron ordinaire, dont on enlève l'eau, les huiles légères et moyennes, tout ou partie des huiles créosotées ou naphtalineuses, suivant la nature du goudron et l'exigence du client. Parfois aussi, on prépare ce goudron en mélangeant des huiles lourdes à du brai liquide.

Le goudron raffiné, dont la production est peu importante (500 à 1,000 tonnes), est surtout utilisé dans la fabrication de briques de dolomie destinées à la réfection des fours dans les aciéries Martin. Il se vend 55 francs la tonne.

Distillation des goudrons de pétrole.

Quelques distilleries traitent également des goudrons de pétrole provenant de la fabrication du gaz à l'eau, dont il existe un certain nombre d'installations en Belgique.

Ces goudrons, après séparation, par dépôt, de l'eau qu'ils renferment, sont soumis à une distillation fractionnée; ils fournissent généralement trois catégories d'huiles de densités différentes. Ces huiles sont employées à des usages tenus plus ou moins secrets.

La quantité totale de goudron de pétrole distillé

en Belgique peut être évaluée à 2,000 ou 2,500 tonnes par an.

Hydrocarbures nitrés.

Les hydrocarbures nitrés (binitrobenzol, binitrotoluol, trinitronaphtaline, brai nitré) sont employés dans la fabrication des explosifs de sécurité à base de nitrate d'ammoniaque. Ils sont en partie fabriqués par les industriels mêmes qui les utilisent, mais on en importe aussi d'Allemagne.

Le plus souvent la nitrification s'effectue dans des appareils en grès. Si le produit est solide, il suffit de le sécher sur des dalles avant de le mélanger au nitrate d'ammoniaque.

Couleurs d'aniline.

La fabrication des couleurs d'aniline est fort peu développée en Belgique. On sait que cette industrie est pour ainsi dire monopolisée par quelques grandes usines anglaises, françaises et surtout allemandes, supérieurement organisées et outillées à cet effet.

L'aniline, qui se prépare au moyen de la nitrobenzine, et qui constitue le point de départ de beaucoup de couleurs, n'est pas fabriquée dans le pays.

Les deux maisons qui en Belgique, s'occupent des couleurs d'aniline font venir leurs matières premières de l'étranger; ces matières subissent ici certaine préparation avant d'être livrées à la consommation.

Bien que notre production soit restreinte, nos cou-

leurs sont appréciées à l'étranger. Nous vendons notamment en Allemagne, en France, en Autriche, etc., des *nigrosines* à l'eau et à l'alcool, des *bleus* solubles. Un des établissements est spécialement monté pour la préparation des couleurs en boîtes de fer-blanc, pour drogueries, teintureries, etc.; il occupe dans ses ateliers un assez grand nombre d'ouvriers.

Une autre usine possède une installation pour la fabrication du *jaune de quinoline*. Cette couleur s'obtient en préparant d'abord la quinaldine, par réaction de l'aldéhyde acétique sur le chlorhydrate d'aniline. Cette base, traitée par l'acide phtalique, donne le phtalone, que l'on sulfure par l'acide sulfurique.

Malgré les difficultés techniques et commerciales que présente la création d'un établissement affecté à la fabrication des couleurs organiques artificielles, il est à espérer que la Belgique ne tardera pas à être dotée de cette intéressante industrie, pour laquelle ni la matière première, ni les hommes compétents ne feront défaut.

III. — PRODUITS EXTRAITS DIRECTEMENT DU BOIS.

A. — **Procédés par voie humide.**

1° **Extrait tannique.**

Matières premières.

La quantité de bois travaillée, en Belgique, pour en retirer l'extrait tannique s'élève à environ

12,000 tonnes par an. Les deux tiers de cette quantité sont constitués par du *quebracho* provenant du nord de la République Argentine, du Paraguay, et du sud de l'État de Matto Grosso (Brésil). Le reste est représenté par du chêne de provenance belge ou française et par du chataîgner importé de France.

Ajoutons qu'il entre en plus en Belgique près de 10,000 tonnes de bois de quebracho qui est vendu aux tanneries, partie sous forme de bûches, mais, pour la plus grande part, sous forme de copeaux. Ceux-ci sont livrés en sacs de 65 kilogrammes.

Le bois de quebracho brut vaut 125 francs la tonne. Moulu, il se vend à raison de 15 francs les 100 kilogrammes. On en expédie beaucoup sous cette forme en Allemagne.

Fabrication.

Pour retirer la matière tannante de certaines essences d'arbres, tels que le chêne, le chataîgner, le quebracho, il suffit de découper le bois en petits morceaux et de mettre ceux-ci dans l'eau bouillante. Le tannin se dissout et le jus obtenu, suffisamment concentré, peut être expédié sous forme d'extrait.

Cette méthode, très simple, est pratiquée par une usine belge.

Aux environs d'Anvers il existe un vaste établissement qui a adopté des procédés perfectionnés, exigeant une installation plus compliquée.

Les troncs, dégarnis de leur écorce, sont d'abord

20

débités à la scie circulaire, en morceaux de 40 à 50 centimètres de longueur. Les tronçons les plus beaux sont varlopés à la machine, dans le sens des fibres; ces parties sont destinées à être vendues directement aux tanneurs qui en extraient eux-mêmes la matière tannante.

Ce sont les bûches les moins belles qui servent à fabriquer l'extrait tannique. A cet effet elles sont réduites en copeaux menus par un travail contre fil.

L'extraction du tannin se fait de la même manière que l'épuisement des cossettes de betterave. Les copeaux sont traités par l'eau et la vapeur sous pression dans une batterie de diffuseurs en cuivre verticaux, anologues à ceux usités dans les sucreries, dans lesquels le travail s'opère d'une façon méthodique et continue.

Les jus sont concentrés dans des appareils à triple effet jusqu'à la densité de 25° B; on a ainsi l'extrait liquide.

Pour obtenir l'extrait pâteux ou sec, on continue l'évaporation dans un appareil à cuire dans le vide, et l'on pousse la concentration jusqu'au degré voulu.

Quant au bois épuisé, il peut servir de combustible.

Toutefois, à l'usine d'Hemixem, on en tire un autre parti. Comme les copeaux renferment 50 p. c. d'eau, ils sont d'abord desséchés dans des étuves; après quoi, ils sont distillés et l'on en retire du charbon de bois et de l'acide pyroligneux; ce dernier sert à la fabrication de certains produits chimiques, ainsi que nous le verrons plus loin.



Fig. 52. — Concentration et évaporation des extraits tanniques.

Production. — Commerce.

L'extrait tannique est fourni au commerce sous trois formes : liquide, pâteux et sec.

Les extraits liquides et pâteux se mettent dans des fûts en bois d'une contenance de 230 à 500 kilogrammes; l'extrait sec est emballé en sacs de 50 kilogrammes.

Les prix diffèrent suivant le degré de concentration. Ainsi, l'extrait liquide vaut de 20 à 32 francs les 100 kilogrammes selon densité; le pâteux se vend 36 francs et le sec 49 francs les 100 kilogrammes.

Les deux usines qui, en Belgique, font l'extraction des matières tannantes du bois occupent à cette fabrication 150 ouvriers environ. Le fonctionnement de leurs appareils nécessite une puissance motrice de 600 chevaux.

On peut évaluer à 10,000 ou 11,000 tonnes notre production annuelle d'extraits divers.

La consommation belge n'absorbe qu'une partie assez restreinte de cette quantité. Les deux tiers au moins sont exportés en Allemagne, en Angleterre, en Espagne, en Italie, en Turquie et dans l'Amérique du Nord.

2° Salicine.

Matières premières.

La salicine (glucoside saligénique) est une substance à propriétés médicinales que l'on retire de certaines espèces de saules et de peupliers.

En Belgique, on l'extrait de l'écorce d'osier, dont la variété rouge (*salex rubra*) est surtout exploitée dans le bassin de l'Escaut. Ces écorces contiennent, indépendamment de la cellulose des fibres, 2 1/2 à 5 p. c. de salicine, 2 à 3 p. c. de tannin, de la glucose et les divers sels minéraux que l'on rencontre habituellement dans les végétaux.

La production totale d'écorces est d'environ 700 tonnes par an. De cette quantité, 500 tonnes sont traitées en Belgique; le reste est vendu en Angleterre. Sur les 500 tonnes travaillées dans le pays, 200 servent à fabriquer la salicine; des 300 autres, on retire seulement un extrait qui est expédié en Angleterre.

L'écorce d'osier s'achète généralement sur pied; après pelage, l'écorce est déposée en meules formées de bottes de 10 kilogrammes. Elle se paie à raison de 55 francs les 1,000 kilogrammes, lorsqu'elle est bien propre et à l'état sec.

Fabrication.

Dans l'établissement ci-dessus signalé, où l'on fabrique simplement l'extrait, on se contente de traiter l'écorce, convenablement séchée, par de l'eau bouillante dans des chaudières avec serpentins de vapeur; puis on concentre la solution jusqu'à la densité de 25° B. L'extrait est expédié en fûts.

Dans une autre usine, on pratique la fabrication complète de la salicine en appliquant des procédés

brevetés de M. Crispo, directeur du Laboratoire de l'État à Anvers.

Voici quelle est la suite des opérations :

Les écorces, préalablement découpées à l'aide d'un hache-paille, sont introduites dans des diffuseurs en cuivre à injection de vapeur. Les jus ainsi obtenus sont traités par un réactif approprié ayant pour effet de précipiter certaines matières étrangères; le résidu est séparé au moyen de filtres-presses.

La concentration du liquide s'opère ensuite dans un évaporateur à vide, jusqu'à une densité de 25° B. Le sirop est soutiré et mis à cristalliser dans des espèces de filtres sous lesquels on fait le vide.

La masse cristalline, de couleur brune, est retirée du filtre et soumise à des épurations successives par des procédés tenus secrets, jusqu'à ce que l'on obtienne un produit bien blanc.

La salicine, dûment séchée, broyée et tamisée, est mise dans des boîtes de fer-blanc de la contenance de *1 quarter* ou 14 livres anglaises (6 k. 342gr.). Ces boîtes sont emballées dans des caisses en bois, avec de la sciure ou de la tourbe, afin d'éviter que l'humidité ne vienne colorer le produit.

Toute la production est envoyée en Angleterre. La salicine est très employée pour le traitement de certaines maladies des pays chauds. Sa valeur est de 35 à 50 francs le kilogramme; au détail, ce produit se vend 100 francs le kilogramme en Angleterre.

B. — **Procédés par voie sèche. — Distillation du bois.**

Matières premières.

Les bois employés pour la distillation sont ceux d'essence dure : chêne, charme, hêtre. A part un peu de bouleau, les essences tendres ou résineuses ne conviennent pas.

Avec le charme et le hêtre, on prend les branches



Fig. 53. — Cornues pour la distillation du bois.

et les taillis ; avec le chêne, on utilise les taillis seulement.

Ainsi que nous l'avons vu, on soumet aussi à la distillation les copeaux de bois de quebracho, après extraction de la matière tannante qu'ils renfermaient.

On peut estimer à 50,000 tonnes environ la quantité totale de bois distillée annuellement par les usines belges. Plus de 45,000 tonnes sont représentées par des essences d'Europe et, sur ce chiffre, on peut dire que 20,000 tonnes à peu près sont importées de France.

Procédés de fabrication.

L'industrie de la distillation du bois comprend deux groupes d'opérations :

1° L'obtention du pyroligneux ou distillation proprement dite ;

2° Le traitement du pyroligneux en vue d'en séparer les principes constituants.

1° Obtention du pyroligneux.

a. — Séchage et débitage du bois.

Le bois est amené à l'usine sous forme de fagots ou de bûches dégarnies de leur écorce ou non. Dans certains établissements, on lui fait subir d'abord une dessiccation artificielle dans des séchoirs spéciaux avec courant d'air forcé; ailleurs on se contente de l'emmagasiner en tas pendant un certain temps afin de permettre au bois de se dessécher naturellement.

Les bois sont ensuite découpés en rondins d'égale longueur. Les grosses bûches sont fendues à la main ou mécaniquement, afin d'obtenir une distillation uniforme. Dans les usines les mieux installées, tous les bois sont sciés à la machine, à 45 centimètres de longueur, ce qui permet de mieux utiliser la capacité des cornues de distillation.

b. — Distillation.

Les appareils de distillation sont généralement constitués par des cornues cylindriques en tôle, que l'on

ferme, après remplissage, à l'aide d'un couvercle luté. Ces cornues ont une capacité de 4 à 5 mètres cubes et peuvent contenir de 1,300 à 2,000 kilogrammes de bois. Elles sont disposées verticalement dans un four. Pour opérer le chargement et le défournement, il faut retirer la cornue du four; cette manœuvre s'exécute à l'aide de grues ou de ponts roulants.

Les cornues en fonte placées horizontalement à demeure dans les fours ne sont guère utilisées; ce système présente, en effet, plus d'inconvénients que d'avantages.

Le bois de quebracho en copeaux épuisé est distillé dans de grandes cornues en tôle cylindrique d'une capacité de 30 mètres cubes, placées dans un foyer et animées d'un mouvement de rotation très lent.

c. — Condensation.

Les vapeurs et les gaz, qui s'échappent de la cornue par un tuyau central, se rendent dans un réfrigérant constitué par une série de tuyaux légèrement inclinés placés dans une bâche en fer parcourue par un courant d'eau froide. Dans cet appareil, la plus grande partie du pyroligneux se condense. Les gaz, continuant leur chemin, traversent de bas en haut une colonne remplie de coke, où l'on recueille le reste du pyroligneux entraîné. Les gaz non condensables sont finalement amenés dans les fours pour y être brûlés.

Certains réfrigérants sont formés de gros tuyaux

traversés intérieurement par une série de tubes; les vapeurs circulent dans ces tubes, qui sont refroidis extérieurement par un courant d'eau.

2° Traitement du pyroligneux.

Le pyroligneux, ou liquide condensé dans les réfrigérants, se compose essentiellement de trois parties :

a. — Des goudrons, ou mélange d'hydrocarbures liquides et solides;

b. — De l'alcool méthylique ou méthylène;

c. — De l'acide acétique.

La séparation industrielle de ces trois constituants se fait de la manière suivante :

a. — Séparation des goudrons.

Le pyroligneux est recueilli dans des cuves ou bacs de décantation. Là, le liquide se sépare en trois couches; à la partie supérieure flottent les goudrons légers, tandis que les goudrons lourds se déposent à la partie inférieure. Au milieu se trouve le pyroligneux proprement dit, formé d'alcool méthylique, d'acide acétique, d'acétone et de goudrons dissous.

Les goudrons légers sont enlevés tout d'abord; les goudrons lourds seront retirés à la fin de l'opération. Ces goudrons peuvent être séparés par des condenseurs à tuyaux verticaux analogues à ceux usités dans les usines à gaz.

b. — Séparation de l'alcool méthylique.

L'alcool méthylique est séparé du mélange par distillation. Les flegmes, riches en alcool, passant en premier lieu, sont recueillis à part et soumis à une seconde distillation, pour en séparer l'acide acétique entraîné. L'alcool brut, ainsi obtenu, est rectifié dans l'*alcoolerie*, c'est-à-dire soumis à une série de distillations fractionnées et de purifications au moyen d'acide sulfurique et de chaux ou de soude, de façon à obtenir des produits présentant les degrés de pureté et de concentration désirés.

Dans une usine, où l'on distille des résidus de bois exotiques, on retire également du mélange de l'*alcool allylique*.

c. — Séparation de l'acide acétique.

Pyrolignite de chaux. — On sépare généralement l'acide acétique en le transformant en acétate de chaux.

La saturation par le lait de chaux peut se faire dans le pyroligneux même avant la distillation.

Après séparation de l'alcool par distillation, on a une solution d'acétate de chaux plus ou moins pur.

On peut se contenter de concentrer cette solution jusqu'à une densité de 14° B.; on a alors le pyrolignite de chaux liquide. Par évaporation, on obtient du pyrolignite de chaux solide plus ou moins pur, brun ou gris.

Acétate de chaux. — Si l'on veut faire de l'acétate de chaux, on sature le pyroligneux après distillation de l'alcool; on évapore la solution jusqu'à siccité et l'on achève la dessiccation dans une chaudière ou sur des aires chauffées.

Pyrolignite de fer. — Au lieu de saturer le pyroligneux par de la chaux, on peut le faire réagir sur de l'oxyde de fer, en y plongeant des vieilles ferrailles couvertes de rouille.

L'alcool est séparé du liquide par distillation, comme précédemment, et l'on obtient du pyrolignite de fer ou solution impure d'acétate de fer.

Acétate de soude. — Dans certaines usines, au lieu de traiter l'acide acétique par la chaux, on le sature par le carbonate de soude, de façon à obtenir de l'acétate de soude; ce sel fait l'objet de la fabrication d'une de nos distilleries les plus importantes.

On peut obtenir simplement du pyrolignite de soude par saturation directe de l'acide pyroligneux. Mais les opérations établies en vue d'obtenir un produit pur sont assez compliquées.

L'alcool est d'abord retiré par une première distillation effectuée dans des conditions spéciales. En continuant à chauffer, on recueille l'acide acétique, que l'on sature par du carbonate de soude.

La solution d'acétate de soude concentrée est soumise à de nombreux traitements pour débarrasser le produit de ses impuretés et l'amener sous sa forme commerciale d'acétate blanc cristallisé.

Produits fabriqués. — Rendement.

On admet généralement que, dans des conditions normales de fabrication, 100 kilogrammes de bois fournissent par la distillation :

Charbon de bois.	23 à 25 kilogrammes.
Goudron	3 à 4 »
Acétate de chaux	7 »
Alcool méthylique vendable .	1.3 à 1.8 litre.

Ainsi que nous l'avons vu, l'acétate de soude fait l'objet d'une fabrication spéciale.

Charbon de bois.

Après refroidissement le charbon de bois retiré des cornues est classé en différentes qualités, d'après grosseur. Il est vendu pour des usages domestiques ou industriels. Le menu et le poussier sont surtout utilisés comme réducteurs en verrerie et dans la fabrication de la poudre; ils servent également à confectionner des briquettes pour chauffage domestique.

Le charbon de bois est présenté à la consommation soit en paquets de 10 litres, comme allume-feu, soit en sacs en papier ou en toile, d'un poids de 20-30 kilogrammes, pour la Belgique, et de 50-60 kilogrammes, pour l'exportation.

La valeur de ce charbon varie beaucoup; elle est actuellement d'environ 5 francs les 100 kilogrammes.

Alcool méthylique.

L'alcool méthylique est fourni au commerce et à l'industrie en plusieurs qualités, suivant degré de pureté et de concentration.

Il y a, d'abord, l'alcool ordinaire à 90-95°, utilisé surtout pour la fabrication des vernis; il vaut actuellement de 80 à 90 centimes le litre. Puis, vient le *type régie français* à 90°, fortement acétoné, employé pour la dénaturation de l'alcool éthylique; il se vend actuellement 85 centimes le litre rendu en France. On fabrique aussi d'autres types de méthylène pour la dénaturation, d'après les exigences des divers pays.

Le demi-pur, ou cœur de méthylène, à 98-99°, vaut aujourd'hui 95 centimes; c'est l'alcool à brûler pour éclairage, chauffage et moteurs.

Le méthylène dit pur ne contient que très peu d'impuretés méthyliques et moins de 2/10e p. c. d'acétone; il sert pour la fabrication du formaldéhyde et de certaines couleurs organiques; sa valeur actuelle est de 1 fr. 10 c. à 1 fr. 40 c. le litre.

Enfin le méthylène chimiquement pur ne contient plus que des traces indosables d'impuretés; il sert pour la fabrication du formaldéhyde et de certaines couleurs organiques; sa valeur est de 130 à 140 francs les 100 kilogrammes.

L'alcool méthylique est expédié dans des fûts d'une contenance de 200 à 700 litres et en wagons-citernes.

Acétate de chaux.

Suivant sa pureté, l'acétate de chaux présente une

teinte grise plus ou moins foncée. Il est livré en sacs de 50 et 100 kilogrammes; son prix varie actuellement entre 17 et 31 francs les 100 kilogrammes.

Les principales applications de l'acétate de chaux sont la fabrication de l'acide acétique et de l'acétone.

Acétate de soude.

L'acétate de soude est obtenu en cristaux plus ou moins gros et plus ou moins blancs, suivant la conduite des opérations. Le produit s'expédie en sacs de 100 kilogrammes ou en fûts de 300 kilogrammes. Sa valeur est très variable; son prix a été pendant plusieurs années de 24 à 25 francs les 100 kilogrammes à l'usine, ou 28 à 29 francs *fob.* Anvers; actuellement il se vend 40 francs *fob.* Anvers.

L'acétate de soude est employé pour la fabrication de l'acide acétique pur concentré, dans la teinture, la fabrication des couleurs d'aniline, etc.

L'acétate de soude sert aux mêmes usages que l'acétate de chaux.

Pyrolignite de fer.

Le pyrolignite de fer est utilisé en teinturerie.

Il se vend en fûts, à raison de 14 à 15 francs les 100 kilogrammes à l'état concentré.

Goudron.

Le goudron de bois n'est guère utilisé que pour le chauffage des cornues.

Quelques usines en retirent cependant des huiles par distillation et brûlent le brai restant comme résidu. Ce brai se vendait autrefois 4 francs les 100 kilogrammes et servait à fabriquer des agglomérés, mais ces derniers ne furent jamais appréciés par le consommateur à cause de l'odeur qu'ils dégagent lors de la combustion.

Production. — Commerce.

Il existe, en Belgique, huit distilleries de bois, dont sept travaillent des bois d'Europe et une des bois exotiques; pour cette dernière, la distillation du bois n'est qu'une opération accessoire. Elles emploient ensemble un personnel de 455 ouvriers et utilisent une force motrice de 530 chevaux.

De ces huit distilleries, quatre s'occupent également des fabrications secondaires que nous passerons en revue plus loin (acétone, acide acétique, produits pharmaceutiques dérivés du méthylène, du goudron, etc.).

En général, le marché des produits dérivés de la distillation du bois est réglé par l'Amérique du Nord, dont les fabricants sont syndiqués.

Nos usines importent pour environ 300,000 francs de matières premières et exportent annuellement pour environ 3 à 4 millions de francs de produits fabriqués. Une seule d'entre elles a exporté en 1904 pour plus de un million de francs.

Charbon de bois.

La production totale est d'environ 13,000 tonnes; 6,000 tonnes sont exportées en France, principalement à Paris, et un peu dans le Grand-Duché de Luxembourg.

Alcool méthylique.

On peut évaluer la production à 800,000 litres environ, dont la moitié est vendue en France et en Allemagne.

Le méthylène pur n'est fabriqué couramment que par deux usines.

Acétate de chaux.

L'acétate de chaux est produit par sept distilleries. Trois de ces usines le fabriquent pour la vente exclusivement, une pour la vente et la fabrication d'acétone, deux pour la fabrication d'acide acétique et une pour la fabrication d'acide acétique et d'acétone.

La production totale s'élève à 2,300 tonnes; 1,100 tonnes environ sont exportées en France, en Italie, en Angleterre.

Acétate de soude.

Ce sel est spécialement fabriqué par l'une de nos grandes distilleries, accessoirement par d'autres.

L'importance de la production annuelle dépasse 2,000 tonnes. Cette quantité est presque entièrement achetée par l'étranger. Les principaux pays à qui nous expédions ce produit sont : l'Allemagne, l'Angleterre, la France, la Suisse, l'Italie, l'Espagne, le Mexique, l'Australie.

IV. — PRODUITS SECONDAIRES DE LA DISTILLATION DU BOIS.

1° Dérivés de l'alcool méthylique.

Formaldéhyde.

FABRICATION.

Le méthylène employé pour la fabrication du formol doit être pur. Comme la plupart de nos distilleries de bois fabriquent surtout l'alcool méthylique ordinaire et demi pur pour la fabrication des vernis et la dénaturation de l'alcool, on est obligé d'importer en partie l'alcool pur de l'étranger, notamment de l'Allemagne.

Le formaldéhyde, ou aldéhyde formique, porte également les noms de formol et de méthanal.

Ce corps est obtenu en faisant passer sur des masses de matières catalytiques (noir de platine) un mélange d'alcool méthylique et d'air en proportions dosées. Dans ces conditions, il y a oxydation partielle de l'alcool et formation d'une certaine quantité de formaldéhyde.

Le liquide mixte ainsi obtenu est soumis à une distillation fractionnée, afin de séparer le formol de l'alcool méthylique, qui est récupéré.

Production. — Commerce.

Le formol est fourni au commerce en deux qualités :

1° Le formol à 40 p. c., contenant 15 p. c. d'alcool ;

2° Le formol à 30 p. c., constituant la solution stable et saturée du formaldéhyde dans l'eau. On a constaté que des solutions aqueuses plus concentrées (à partir de 33 p. c.) se polymérisent, et perdent une partie de leurs propriétés bactéricides, par suite de la diminution de teneur en formaldéhyde.

Le formol s'expédie soit en bonbonnes de 60 kilogrammes, soit en fûts paraffinés de 250 kilogrammes.

Son prix moyen en droguerie (demi-gros) est de 1 fr. 50 c. par kilogramme.

Le formol reçoit des applications de plus en plus nombreuses, à cause de ses propriétés désinfectantes, très énergiques.

Ce corps est également employé dans la fabrication de certaines couleurs organiques, de la gallalite, succédané de l'écaille, du celluloïd et qui n'est autre chose que de la caséine durcie par le formol.

Le formaldéhyde est fabriqué par une de nos distilleries de goudron produisant elle-même le méthy-

lène et par une autre usine, achetant sa matière première.

Cette fabrication, ainsi que celle des produits qui en dérivent, est susceptible d'un très grand développement.

Trioxyméthylène.

Le trioxyméthylène est un polymère solide du formol. Il est obtenu par la distillation dans le vide de la solution de formol.

Cette substance est employée comme désinfectant. Elle est fabriquée par une maison belge.

Hexaméthylène tétramine.

Ce produit pharmaceutique, identique à l'urotropine, est également préparé par la même maison.

On l'obtient en mélangeant du formol et de l'ammoniaque et en faisant ensuite cristalliser la solution.

2° Dérivés de l'acétate de chaux.

Acétone.

L'acétone est obtenue par la distillation sèche de l'acétate de chaux, ce qui donne l'*huile d'acétone.* Celle-ci, soumise à une rectification, donne l'acétone pur, à 99 p. c.

Ce corps est surtout employé pour préparer le chloroforme, pour dissoudre le caoutchouc et pour

gélatiniser la nitrocellulose formant la base de la poudre sans fumée.

Deux usines produisent couramment l'acétone, qui s'exporte en certaines quantités en Angleterre, en Allemagne et en France.

La décomposition de l'acétate de chaux donne également du *méthyléthylcétone*, qui est employé pour dénaturer l'alcool.

Chloroforme.

Le chloroforme est fabriqué en Belgique par une de nos usines de distillation du bois, ainsi que par un laboratoire pharmaceutique.

Il est obtenu par la réaction du chlorure de chaux sur l'acétone.

Ce produit anesthésique est livré au commerce en flacons de 30 à 1,000 grammes.

Acide acétique.

Matières premières.

L'acide acétique est exclusivement fabriqué en Belgique avec de l'acétate de chaux de provenance belge ou allemande; certains industriels préparent eux-mêmes cet acétate par la distillation du bois.

Les acides sulfurique et chlorhydrique employés sont de fabrication belge; la fabrique la plus importante est même pourvue des installations nécessaires pour la production de ces deux acides.

Fabrication.

L'ancien procédé de fabrication consiste à décomposer directement l'acétate de chaux par l'acide sulfurique. Il présente un inconvénient : la formation du sulfate de calcium hydraté ou plâtre, qui gonfle par absorption d'eau et forme une masse dure et compacte entravant la suite de la réaction; d'où, une diminution notable du rendement.

Une usine spécialement outillée pour cette fabrication applique maintenant le procédé Behrens, qui permet d'atteindre le rendement théorique à 1 p. c. près.

Cette méthode consiste à dissoudre d'abord l'acétate de chaux dans de l'acide acétique préalablement fabriqué, puis, à faire arriver l'acide sulfurique goutte à goutte. Le sulfate de calcium se dépose alors en poudre; il ne s'hydrate pas et ne gonfle pas. On soumet, ensuite, le liquide contenant l'acide acétique à une distillation.

L'installation comprend un bac pour la dissolution de l'acétate de chaux dans l'acide acétique, puis une chaudière où s'effectue la réaction avec l'acide sulfurique. La distillation s'opère dans un tambour rotatif chauffé au gaz, suivi d'un serpentin pour la condensation.

L'acide acétique industriel ou *mauvais goût* peut aussi être fabriqué en attaquant l'acétate de chaux par l'acide chlorhydrique, dans une chaudière chauffée à feu nu.

La rectification se fait dans un alambic en pierres de Volvicq ou dans un alambic (système Luhn), comprenant une chaudière en cuivre chauffée par la vapeur et surmontée d'une colonne en cuivre garnie de disques en porcelaine et d'anneaux en terre cuite; l'appareil est complété par un analyseur et un double serpentin en cuivre.

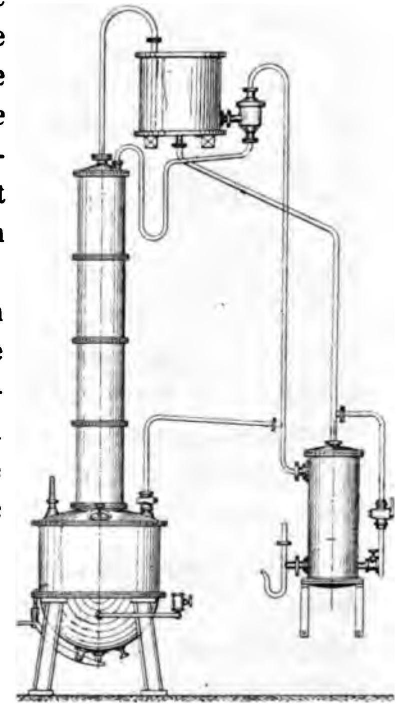


Fig. 54. — Appareil pour la rectification de l'acide acétique (système Luhn).

La première rectification de l'acide acétique s'opère aussi dans un appareil différent (type Réforme). Il comprend une chaudière horizontale en fonte avec revêtement en maçonnerie intérieur. Cette chaudière est surmontée d'une colonne en bronze garnie d'anneaux et de plateaux en grès perforés. Le chauffage se fait à la vapeur.

Ce qui passe en premier lieu est recueilli à part; c'est de l'acide acétique faible chargé d'impuretés; il est utilisé comme acide industriel. Ensuite, vient l'acide de bonne qualité, qui est rectifié dans un autre alambic en cuivre muni de serpentins en argent pour la condensation.

PRODUCTION. — COMMERCE.

Dans le commerce on distingue deux espèces d'acide acétique :

1° L'acide *mauvais goût*, pour l'industrie, dont le degré de concentration va de 40 à 80 p. c. Le prix de base est de 25 francs les 100 kilogrammes pour une teneur de 40 p. c.; il augmente en proportion de la concentration.

Cet acide est surtout employé dans la teinturerie et dans la fabrication de la céruse.

L'acide acétique industriel se transporte, soit dans des touries en verre de 60 kilogrammes, soit, pour l'exportation, dans des fûts pétroliers de 200 kilogrammes, soit, enfin, sur des wagons chargés de 12 pots en grès d'une contenance totale de 10 tonnes.

2° L'acide *pur*, concentré, pour la table, dont la richesse va de 80 à 100 p. c.

Cet acide est analogue au vinaigre d'alcool; il est employé pour la préparation des vinaigres. Sa valeur, en y comprenant les droits d'accise, est de 180 francs les 100 kilogrammes; pour l'exportation ce prix se réduit à 70 francs.

On livre cette qualité en bonbonnes de verre d'une capacité variant de 5 à 60 kilogrammes ou en barrils de bois de toute contenance.

On compte, en Belgique, 4 fabriques d'acide acétique; 3 d'entre elles produisent en tout ou en partie l'acétate de chaux qu'elles travaillent; la quatrième,

qui est de beaucoup la plus importante, achète tout l'acétate dont elle a besoin.

La production totale de ces 4 usines est : pour l'acide industriel, de 2,700 tonnes, dont les 2/3 sont exportés dans différents pays, principalement en Suisse, en Angleterre, au Japon ; pour l'acide de table, de 500 tonnes, dont un peu moins de la moitié est exportée dans différents pays d'Europe, d'Amérique et d'Asie.

L'exportation de l'acide acétique vers l'Allemagne est impossible, à cause du droit prohibitif de 8 marcs aux 100 kilogrammes. Jusqu'à présent, les fabricants belges n'ont pas encore eu trop à souffrir de la concurrence des produits allemands.

3° Dérivés du goudron de bois.

Procédés de fabrication.

Le goudron de bois, soumis à la distillation, fournit des huiles contenant, comme produits principaux, la *créosote* et le *gaïacol.*

Ces huiles sont d'abord débarrassées des petites quantités d'alcool et d'acide acétique qu'elles renferment; elles sont ensuite traitées par distillation fractionnée.

La créosote qu'on en retire sert de base à la préparation d'une série de produits pharmaceutiques.

Une seule distillerie de bois s'occupe, en Belgique, de la production des dérivés du goudron de bois et spécialement du goudron de hêtre.

Produits fabriqués.

Ces produits sont, d'abord, la *créosote* dite *de hêtre*, et le *gaïacol*; ce dernier se livre sous forme liquide ou cristallisé.

Les dérivés fabriqués au moyen de ces deux substances sont les suivants :

Le *carbonate de créosote;*

Le *phosote* ou phosphate de créosote, employé pour les injections sous-cutanées dans le traitement de la tuberculose. Il contient 80 p. c. de créosote de hêtre et 20 p. c. d'acide phosphorique;

Le *taphosote*, renfermant 76 p. de créosote, 19 p. c. d'acide phosphorique et 5 p. c. de tannin. Ce remède est utilisé dans le traitement de la tuberculose, de la bronchite, de la coqueluche, etc.;

Le *créosoforme* (poudre jaune verdâtre), succédané de l'iodoforme, obtenu par la combinaison de l'aldéhyde formique et de la créosote;

Le *tannocréosoforme*, combinaison de créosoforme et de tanin.

Viennent ensuite les produits ayant pour base le gaïacol : le *carbonate* et le *phosphate de gaïacol*, le *gaïaforme* et le *tannogaïaforme*. Les noms de ces divers produits indiquent suffisamment leur composition.

V. — PRODUITS ORGANIQUES DIVERS.

1° Éther sulfurique.

L'éther dit sulfurique, ou éther ordinaire, est obtenu par l'oxydation de l'alcool éthylique au moyen de l'acide sulfurique.

Matières premières.

On emploie l'alcool rectifié à 95°, valant 30 à 35 centimes le litre (droits non compris).

L'acide sulfurique utilisé est l'acide à 66°.

Ces deux matières premières sont achetées en Belgique.

Fabrication.

L'opération s'effectue à chaud dans une grande chaudière contenant l'acide sulfurique. On y fait arriver l'alcool d'une façon continue.

Dans cette réaction, l'acide sulfurique ne joue qu'un rôle d'intermédiaire; il se régénère continuellement et la même quantité peut servir toute l'année.

Les vapeurs d'alcool et d'éther, qui se dégagent, passent d'abord dans un saturateur, où l'on neutralise l'acide entraîné par du carbonate de soude. Le mélange est ensuite distillé dans un appareil à colonne.

Les éthers de tête sont mauvais et rejetés; l'éther

de bonne qualité vient ensuite. L'alcool passe en dernier lieu et rentre dans le cycle des opérations.

Production. — Commerce.

On fournit au commerce l'éther en deux qualités :

1° L'éther pharmaceutique, pour narcose, chimiquement pur; sa densité est de 0.720. Il se met en petits flacons de 1/2 et 1 kilogramme, ou en fûts de 60 litres.

Sa valeur moyenne est de 95 francs les 100 kilogrammes.

2° L'*éther industriel*, dont la densité est 0.725.

Il s'expédie comme le précédent et, quelquefois, notamment pour l'étranger, dans des fûts en fer de 500 kilogrammes.

Cet éther se vend de 75 à 80 francs les 100 kilogrammes. Il est utilisé en droguerie et dans la fabrication de la soie artificielle, de la poudre sans fumée, comme dissolvant de la nitrocellulose.

L'éther sulfurique n'est fabriqué en Belgique que par la fabrique de poudre de Wetteren. Elle consomme par an 10 à 15 tonnes d'acide sulfurique, et environ 4,500,000 litres d'alcool (y compris l'alcool employé pour la fabrication de l'éther acétique). La production annuelle d'éther sulfurique, d'environ 2,500,000 kilogrammes, est presque entièrement absorbée par la consommation du pays.

L'exportation pourrait prendre beaucoup plus de

développement, n'était la difficulté de se procurer en Belgique des alcools à bas prix.

Éther acétique.

La fabrique de poudre de Wetteren possède également des installations pour la fabrication de l'éther acétique ou acétate d'éthyle.

Cet éther est préparé en distillant un mélange d'alcool ordinaire, d'acide sulfurique et d'acétate de chaux. Il se forme de l'acide acétique, qui réagit sur l'alcool pour former l'éther. Celui-ci est rectifié et purifié par des lavages à l'alcool et au carbonate de soude, puis finalement desséché par du chlorure de calcium.

L'acétate de chaux nécessaire à la réaction est acheté ou préparé, dans l'établissement même, en saturant par de la chaux le pyroligneux obtenu lors de la carbonisation des bois en vue de la fabrication de la poudre.

L'éther acétique a une densité de 0.902 à 0.904. Il est mis en petits flacons de 1/2 et 1 kilogramme ou en touries de verre de 60 litres.

Ce corps est employé dans la fabrication de la poudre sans fumée, comme dissolvant de la nitrocellulose.

2° Nitrocellulose.

La nitrocellulose, appelée également coton poudre, fulmicoton, est obtenue par l'action de l'acide

nitrique sur le coton, en présence de l'acide sulfurique.

Matières premières.

Le coton employé est en grande partie acheté en Allemagne et vaut actuellement de 1 franc à 1 fr. 20 c. le kilogramme. Certaines qualités blanches, destinées aux usages pharmaceutiques, s'achètent jusque 2 francs le kilogramme. On trouve, en Allemagne, du coton pur, tout préparé pour le déchiquetage, ce qui dispense nos fabricants de s'occuper du dégraissage.

La quantité de coton traitée annuellement dépasse 195,000 kilogrammes.

L'acide nitrique à 48° est de provenance belge et allemande. On en consomme environ 225 tonnes par an. Une des fabriques de nitrocellulose va monter une installation pour préparer elle même son acide nitrique.

L'acide sulfurique à 66° est fourni par la Belgique; la quantité nécessaire à la fabrication est également de 225 tonnes par an.

Fabrication.

La fabrication comporte un assez grand nombre d'opérations; elles sont relatives à la préparation du coton, à sa nitrification et au traitement du coton nitrifié.

Préparation du coton.

Le coton brut, avant de subir l'action de l'acide nitrique, doit être convenablement préparé. On le soumet aux opérations suivantes :

Une purification consistant en un dégraissage à la soude et un lavage dans une chaudière autoclave;

Un premier séchage;

Un déchiquetage au moyen d'une machine appelée loup déchiqueteur; le coton, amené par un tablier sans fin, est pressé contre un cylindre garni de pointes; après avoir été ouvert et déchiré par ces pointes, le coton passe entre deux tambours lamineurs perforés et les poussières qu'il contient sont aspirées par l'intérieur ;

Un second séchage, avec refroidissement, dans des récipients clos, à l'abri de l'air.

Nitrification du coton.

On prépare, d'abord, dans une chaudière horizontale, le mélange d'acide nitrique et d'acide sulfurique dans les proportions voulues pour la qualité de nitrocellulose à obtenir.

On règle, ensuite, la température à laquelle on veut opérer la nitrification et qui varie suivant le cas, en faisant passer le mélange d'acides dans une chaudière voisine, munie d'un serpentin dans lequel on peut introduire de la vapeur.

La nitrification du coton s'effectue soit dans des

récipients en grès, soit directement dans des appareils Sellwig et Lunge, qui sont de véritables essoreuses. Lorsque l'attaque est terminée, on lâche le liquide et l'on turbine.

Les acides ayant servi se rendent dans une troisième chaudière pour y être régénérés.

Quant aux vapeurs acides qui se dégagent pendant l'opération, elles sont recueillies sous une hotte et aspirées par un ventilateur en grès, non sujet à se détériorer par l'action des acides. Avant d'entrer dans cet aspirateur, pour être rejetées dans l'atmosphère, les vapeurs traversent une série de bonbonnes en grès, puis une petite tour de condensation remplie de coke et de plateaux.

Le coton nitrifié est retiré de l'appareil et transporté hydrauliquement par un courant d'eau jusqu'à l'atelier de lavage.

Traitement du coton nitrifié.

Le coton nitrifié subit d'abord une série de lavages à l'eau froide, d'abord dans une grande cuve ovale ou pile à circulation continue, puis, dans des bacs rectangulaires.

Ces lavages sont suivis d'un déchiquetage; cette opération s'effectue à chaud dans une pile identique à celles employées dans la fabrication du papier; elle a pour but de bien ouvrir les fibres du coton et de permettre sa parfaite épuration. On force le coton à passer entre un bloc à rainures et un cylindre garni de lames de fer radiales.

On procède alors à la cuisson. Introduit avec de l'eau et de la soude dans une grande chaudière verticale, le coton est soumis à l'ébullition pendant cinquante heures. Ce traitement a pour effet de détruire tous les composés organiques étrangers qui pourraient accompagner le nitrocoton.

On le débarrasse de ces impuretés par des lavages à l'eau froide, dans une pile de papeterie. Le nitrocoton se dépose au fond de l'appareil; on décante l'eau sale à l'aide d'un tamis cylindrique à palettes intérieures, que l'on plonge dans le liquide. Si l'eau contient beaucoup de sable, on la fait sortir par la partie inférieure de la pile.

Lorsque la nitrocellulose est bien propre, il ne reste plus qu'à l'essorer; elle est retirée de la turbine avec le degré d'humidité convenable pour le transport. D'après les décisions de la convention de Berne, la teneur en eau peut aller jusque 36 p. c.

Produits fabriqués.

La nitrocellulose se fabrique en différentes qualités d'après l'usage auquel elle est destinée. Il y a d'abord la nitrocellulose soluble dans la nitroglycérine, propre à la fabrication de la dynamite; puis les qualités destinées à la préparation des diverses poudres sans fumée; enfin la nitrocellulose employée à la fabrication du collodion.

La qualité varie suivant le dosage des acides employés et la température de nitrification; elle se constate par le degré de solubilité du nitrocoton

dans un mélange d'éther et d'alcool ; cette solubilité dépend elle-même de la teneur en bioxyde d'azote.

C'est, d'ailleurs, cette dernière condition qui sert à fixer le prix de la nitrocellulose, lequel varie actuellement de 4 à 5 francs le kilogramme.

Commerce.

La fabrication de la nitrocellulose est pratiquée par deux des principales poudreries du pays.

En y comprenant la fabrication de l'éther et du collodion, qui se préparent conjointement, cette industrie requiert un personnel d'une cinquantaine d'ouvriers et une puissance motrice de 175 chevaux, sans naturellement y comprendre la nitrocellulose destinée à la fabrication de la soie artificielle.

La production actuelle s'élève à environ 225,000 kilogrammes par an, dont les trois quarts sont utilisés, par les mêmes établissements, pour la fabrication de la poudre sans fumée. Toutefois, les installations sont faites en vue de pouvoir donner une extension considérable à la production, à mesure du développement de la fabrication de la poudre sans fumée.

Le transport par chemin de fer de la nitrocellulose à 36 p. c. d'humidité ne peut se faire que dans des sacs caoutchoutés contenant 35 kilogrammes au maximum. Les fabricants, se basant sur l'inocuité du produit à l'état humide, seraient désireux de voir la limite de poids modifiée et portée, par exemple, à 70 kilogrammes.

Collodion.

Le collodion est un liquide visqueux, préparé en dissolvant la nitrocellulose dans un mélange d'éther et d'alcool.

Ce produit est employé dans la pharmacie, en photographie et dans la fabrication des manchons à incandescence.

Il s'expédie comme l'éther, c'est-à-dire en bonbonnes ou en flacons.

Son prix est de 1 fr. 30 c. le kilogramme.

Les deux fabriques de cellulose préparent également les différentes qualités de collodion.

La production totale atteint actuellement 7,000 à 8,000 kilogrammes par an.

L'industrie du collodion est à ses débuts en Belgique; elle est appelée à se développer et susceptible de fournir un certain chiffre d'affaires à l'exportation. On expédie déjà ses produits dans les pays du sud de l'Europe et de l'Amérique méridionale.

3° Aldéhyde et paraldéhyde acétiques.

L'aldéhyde acétique et son polymère solide, le paraldéhyde, sont fabriqués par usine qui s'occupe principalement de naphtaline purifiée et d'anthracène riche.

L'aldéhyde acétique ou éthanal se prépare en oxydant l'alcool éthylique par l'un des procédés suivis dans les laboratoires. Le paraldéhyde acétique se forme sous l'influence de l'acide chlorhydrique.

Ces deux produits se livrent dans des bouteilles ordinaires et valent respectivement 2 fr. 50 c. et 3 fr. 50 c. le kilogramme.

Ils sont utilisés en médecine, comme soporifiques. Dans l'industrie, l'aldéhyde acétique, ainsi que nous l'avons vu, est employée pour préparer la quinaldine, qui sert de base à la fabrication du jaune de quinoline (aniline).

VI. — PRODUITS CHIMIQUES PURS.

1° Produits pour laboratoires.

La fabrication de produits chimiques purs, pour laboratoires scientifiques et industriels et pour usages médicinaux, est loin d'avoir atteint, en Belgique, le développement qu'elle a pris dans certains pays voisins. Pour la plupart de ces substances, nous sommes tributaires de l'Allemagne.

Cependant, quelques maisons belges de droguerie et de pharmacie fournissent couramment, dans d'excellentes conditions, un certain nombre de produits purs, qui sont non seulement consommés dans le pays, mais encore exportés, en certaine quantité, en France, en Allemagne, dans l'Amérique du Nord, etc.

Produits fabriqués.

Voici la liste des principaux produits fabriqués avec indication de leurs prix par kilogramme :

Zinc redistillé, absolument pur : 7 fr. 50 c. à 7 fr. 75 c.

Oxyde de zinc précipité, indifférent au permanganate : 1 fr. 20 à 2 francs. Il est obtenu en purifiant, par des réactifs spéciaux, le blanc de zinc neige.

Chlorure de plomb cristallisé : 1 fr. 30 c.

Nitrate de plomb : 1 fr. 70 c.

Ces deux sels sont des sous-produits de la préparation de l'oxyde de zinc.

Peroxyde de plomb ou oxyde puce, sans manganèse, obtenu par oxydation du minium : 5 francs.

Iodure de plomb.

Chlorure de sodium.

Carbonate calcique, préparé au moyen du chlorure calcique.

Phosphate tricalcique, préparé au moyen du marbre.

Benzoate de sodium.

Benzoate d'éthylène.

Biododithymol.

Oxyiodogallate de bismuth.

Produits purifiés.

En plus des produits fabriqués, on effectue également la purification de certains composés fabriqués en Belgique ou importés de l'étranger, tels que :

Borax, nitrate de potasse, sulfate de cuivre, de provenance belge.

Alun potassique, de provenance anglaise.

Acétate de plomb, de provenance anglaise et allemande.

Réactifs.

Les mêmes maisons se chargent aussi de la préparation de réactifs spéciaux, tels que : liqueurs alcalimétriques, réactif de Nessler, liqueur de Fehling, etc., ainsi que de la composition de collections de réactifs pour laboratoires d'étude, de pharmacie et de photographie.

2° Préparations pharmaceutiques.

Produits.

Les nombreuses et variées préparations qui sont du ressort de la pharmacie constituent la branche principale des établissements qui nous occupent.

Ces produits se rangent en plusieurs catégories comportant des manipulations fort diverses. Citons :

Les médicaments en poudre et comprimés;

Les pilules, pastilles, capsules;

Les produits granulés et enrobés;

Les extraits, teintures, onguents;

Les préparations organothérapiques (extraits d'organes d'animaux, sérums, etc.).

Outillage.

Plusieurs de nos maisons sont pourvues d'un outillage complet et perfectionné, qui ne le cède en rien à celui des établissements les plus réputés de l'étranger.

La nomenclature suivante donnera une idée de la

grande variété de machines qui sont utilisées dans cette industrie; elles sont combinées pour effectuer les opérations avec la perfection et la célérité requises et beaucoup d'entre elles fonctionnent mécaniquement.

Broyage, mouture, pulvérisation.

Meules ordinaires verticales.
Moulin à cylindres pour farines.
Cisaille à découper les racines.
Rouleau à découper les feuilles.
Moulin à onguent (cuve fermée avec meule en fonte).
Tambour en porcelaine avec billes en porcelaine.
Tambour à boulets pour pulvériser, avec tamis.
Broyeur Cyclon, avec croisillon à l'intérieur, pour corps très durs.
Pilon mécanique double en acier, quadruple, etc.
Tamiseur mécanique.

Compression, granulation, façonnage.

Machine à façonner les pastilles.
Machine pour la compression des pastilles avec matrice et poinçon.
Machine à fabriquer automatiquement les pilules.
Chaudière rotative en cuivre pour la dragéification.
Sphère rotative en verre pour argenter les pilules.
Machine à disque pour façonner les capsules en gélatine.
Pompes pour remplissage des capsules.
Séchoirs pour les divers produits, etc.

Extraction, filtration, distillation, évaporation.

Macérateur à l'air libre.

Distillateur-extracteur fermé (alambic surmonté d'un réservoir).

Alambic distillant dans le vide à 25°, spécialement pour produits organothérapiques.

Filtre Ensinger à grande surface, travaillant sous pression d'acide carbonique.

Filtre rapide à bougie Chamberland, travaillant à 50 atmosphères, avec stérilisation simultanée par l'acide carbonique (spécialement pour préparations organothérapiques).

Chaudière à évaporation à l'air libre, à double enveloppe et chemise de vapeur.

Séchoir dans le vide, à plaques creuses chauffées par la vapeur, etc.

Séchoir à radiateurs avec ventilateur électrique et flambage préalable de l'air introduit (pour stérilisation).

Appareil à stériliser l'ouate dans la vapeur sèche.

PRODUCTION. — COMMERCE.

Les maisons qui, en Belgique, s'occupent de la fabrication des produits chimiques purs pour laboratoire et des préparations pharmaceutiques sont au nombre de 5. Trois de ces établissements travaillent avec force motrice et occupent un personnel relativement important. Le nombre total d'ouvriers et

ouvrières employés dans cette industrie est de 150 environ, ayant à leur disposition une puissance motrice d'une soixantaine de chevaux.

On peut estimer le chiffre d'affaires total à environ 2,500,000 de francs par an.

L'absence de maisons de commerce belges à l'étranger rend fort difficile l'exportation au loin de ce genre d'articles. Cependant, certains produits pour laboratoire s'exportent en France, en Allemagne et dans l'Amérique du Nord.

Les préparations pharmaceutiques trouvent aussi quelques débouchés en dehors du pays, notamment au Congo, où nos fabricants ont comme clientèle l'administration de l'État et celles des sociétés particulières.

RÉPERTOIRE

Société anonyme du gaz de Saint-Josse-ten-Noode, à Saint-Josse-ten-Noode-lez-Bruxelles.

Eaux ammoniacales concentrées.

Usine à gaz de la ville, à Gand.

Eaux ammoniacales concentrées.

Compagnie générale pour l'éclairage et le chauffage par le gaz, à Louvain et à Tournai.

Eaux ammoniacales concentrées.

Compagnie continentale du gaz, à Anvers et à Koekelberg-lez-Bruxelles.

Sulfate d'ammoniaque.

H. Desclée et Cie, à Bruges.

Sulfate d'ammoniaque.

Société anonyme d'éclairage du centre, La Louvière.

Sulfate d'ammoniaque.

Société anonyme du gaz d'Alost, à Alost.

Sulfate d'ammoniaque.

Société anonyme du gaz de Liége, à Liége.

Sulfate d'ammoniaque.

Société anonyme pour la fabrication du gaz, à Angleur et à Verviers.

Sulfate d'ammoniaque.

Desclée et Cie, à Courtrai.

Sulfate d'ammoniaque.

Usine à gaz communale, à Saint-Gilles-lez-Bruxelles.

Sulfate d'ammoniaque.

Société anonyme pour le chauffage et l'éclairage par le gaz, à Anderlecht-lez-Bruxelles.

Sulfate d'ammoniaque.

Société anonyme d'Ougrée-Marihaye, à Seraing.

Sulfate d'ammoniaque. Goudrons.

Evence Coppée, à Ressaix-lez-Binche et à Pâturages.

Sulfate d'ammoniaque. Benzols bruts. Goudron.

**Solvay et Cie*, à Havré, Seraing, Ghlin, Couillet, Flémalle, Bois-du-Luc, Crachet-Picquery, Fontaine-l'Évêque, Élouges, Dour, Zeebrugge, Maurage.

Eaux ammoniacales concentrées. Alcali volatil. Sulfate d'ammoniaque. Benzols bruts et rectifiés. Solvent naphte. Toluène. Benzène pur. Goudron.

---

* Les établissements marqués d'un astérisque sont ceux qui figurent dans plusieurs groupes d'industries.

Compagnie continentale du gaz, à Forest-lez-Bruxelles.

Sulfate d'ammoniaque. Benzols et benzine. Naphtaline brute. Huiles lourdes et créosotées. Anthracène. Brai.

Usine à gaz de la ville de Bruxelles, à Laeken-lez-Bruxelles.

Sulfate d'ammoniaque. Benzol, toluol, solvent naphte. Acide phénique brut. Huile de créosote. Naphtaline brute Anthracène à 50 p. c. Brai.

Burt, Boulton et Haywood (*société anonyme*), à Selzaete.

Sulfate d'ammoniaque. Benzols, benzine rectifiée, toluol, pyridine. Acide phénique brut. Naphtaline brute. Anthracène. Brai.

Usine de produits chimiques (*société anonyme*), à Schoonaerde.

Benzols. Huiles de créosote. Naphtaline brute. Anthracène. Brai.

Société anonyme des agglomérés réunis du bassin de Charleroi, à Marcinelle.

Benzols. Acide phénique cristallisé et liquide. Crésol. Naphtaline purifiée. Huiles de créosote. Anthracène. Brai.

Société anonyme de charbonnages et sous-produits réunis, à Flawinne.

Benzols bruts et rectifiés. Benzine. Huiles de créosote. Naphtaline purifiée. Anthracène. Brai.

Louis Luyten, à Marche-les-Dames.

Naphtaline purifiée. Anthracène riche. Huiles lourdes. Jaune de quinoline. Aldéhyde et paraldéhyde acétique.

**Compagnie générale des produits chimiques et engrais chimiques de la Sambre*, à Jemeppe-sur-Sambre.

Acide phénique cristallisé.

**Fabrique d'engrais et produits chimiques (société anonyme)*, à Charleroi.

Désinfectant *Fluid dip*.

**René Dubois*, à Fontaine-l'Évêque.

Carbonyle, marque « Brunitas ».

Herve frères et Goffart, à Trooz.

Carbonyle.

*Alphonse Dupont et Cie*, à Haren (Nord).

Ferrocyanure de soude. Sulfocyanure double de potasse et d'ammoniaque. Sulfocyanure d'ammoniaque.

J.-B. Ibels, à Anderlecht-lez-Bruxelles.

Couleurs d'aniline. Nigrosines à l'eau et à l'alcool. Bleus solubles. Couleurs grasses et couleurs pour vernis à l'alcool.

*L. Destrée, A. Wiescher et Cie*, à Haren (Nord).

Couleurs d'aniline.

Société anonyme des matières tannantes et colorantes, à Jemappes.

Extraits tanniques liquides.

Société anonyme de produits chimiques et électrochimiques, à Hemixem.

Extraits tanniques liquide, pâteux et sec. Acide acétique. Acétone. Alcool méthylique rectifié. Alcool allylique. Charbon de bois menu. Goudron de bois. Briquettes.

Ch. Van Assche, à Saint-Amand-lez-Puers.

Extrait de salicine.

Société anonyme « Pharmaco », à Bornhem.

Salicine.

L. Masure et Cie, à Olloy.

Acétate et pyrolignite de chaux. Alcool méthylique ordinaire, demi pur et pur. Charbon et goudron de bois.

Vve Louis Zoude, à Poix-Hatrival.

Acétate de chaux. Pyrolignite de fer. Alcool méthylique rectifié. Charbon et goudron de bois.

J. Capelle, Lutgen et Dury, à Bertrix.

Acétate de chaux. Alcool méthylique ordinaire et pur. Charbon et goudron de bois.

Les produits chimiques de Chimay (société anonyme), à Chimay.

Acétate de soude. Alcool méthylique. Charbon de bois. Brai végétal. Huiles de créosote.

Lambiotte frères, à Marbehan.

Acétate de chaux et de soude. Acétone. Pyrolignite de fer. Alcool méthylique ordinaire, type régie et pur. Charbon de bois. Goudron et brai végétal. Formol. Chloroforme. Créosote et gaïacol. Créosoforme et gaïaforme. Carbonate et phosphate de créosote et de gaïacol, etc.

Everaert frères, à Louvain.

Acide acétique. Alcool méthylique. Charbon et goudron de bois.

J. Steels-Van Huffel, à Destelbergen-lez-Gand.

Acide acétique. Pyrolignite de fer. Alcool méthylique. Charbon et goudron de bois.

**Usine des Moulins* (*société anonyme*), à Gand.

Acide acétique industriel et de table, vinaigres d'alcool, de vin et de malt.

Edouard Hawart, à Louvain.

Formol. Trioxyméthylène. Hexaméthylène tétramine.

**Société anonyme Cooppal et Cie*, à Wetteren et à Caulille.

Alcool méthylique. Acétate de chaux. Éther sulfurique. Éther acétique. Nitrocellulose. Collodion.

Société anonyme des explosifs de Clermont (Muller et Cie), à Clermont.

Nitrocellulose. Collodion.

Georges Labouverie, à Ougrée.

Produits chimiques purs pour laboratoires. Oxyde de zinc. Chlorure et nitrate de plomb. Zinc redestillé. Oxyde pure.

Laboratoires Optina, à Schaerbeek-lez-Bruxelles.

Chloroforme. Produits pharmaceutiques. Médicaments comprimés à sec. Préparations organotherapiques. Extraits et sérums. Pansements antiseptiques.

Pharmacie centrale de Belgique, à Hal.

Produits chimiques purs :

Carbonate et phosphate calcique. Chlorure de sodium. Oxyde de zinc.

Benzoate de sodium et d'éthylène.

Salycilate d'antipyrine. Oxyiodogallate de bismuth. Biododithymol, etc.

Alun potassique, borax, nitrate de potasse, acétate de plomb, sulfate de cuivre.

Produits pharmaceutiques :

Teintures, extraits, onguents. Pilules, capsules, pastilles, produits granulés et comprimés, poudres, etc.

Kalcker-Wielemans, à Bruxelles.

Préparation de réactifs et produits purs pour recherches chimiques.

Produits pharmaceutiques : essences, extraits, granules, pilules, capsules, etc.

Pelgrims et fils, à Bruxelles.

Oxyde de zinc, chlorure et nitrate de plomb, iodure de pomb.

Préparation et collections de réactifs pour laboratoires et photographies.

Produits pharmaceutiques divers.

TABLE DES MATIÈRES

II. Phosphates de chaux :

DEUXIÈME PARTIE.

INDUSTRIES DE LA SOUDE, DES CHLORURES ET DES SELS DE POTASSE.

Pages

III. Cristaux de soude. — Acide sulfureux et bisulfites. — Composés divers :

V. Potasse. — Salpêtre. — Sel raffiné :

TROISIÈME PARTIE.

PRODUITS DE NATURE MINÉRALE AUTRES QUE CEUX DES DEUX PREMIERS GROUPES.

QUATRIÈME PARTIE.

PRODUITS EXTRAITS DE LA HOUILLE ET DU BOIS ET AUTRES COMPOSÉS ORGANIQUES. PRODUITS POUR LABORATOIRES.



PUBLICATIONS

DU

MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE ET DU TRAVAIL [1]

PUBLICATIONS PÉRIODIQUES DE L'OFFICE DU TRAVAIL.

Revue du travail, publication mensuelle. — Éditeur : J. Goemaere, rue de la Limite, 21. Abonnement pour la Belgique : 2 francs (1re année [1896] épuisée).

Arbeidsblad, publication mensuelle. — Éditeurs : Office de publicité et Société belge de librairie, à Bruxelles. Abonnement pour la Belgique : 2 francs.

Annuaire de la législation du travail. — 1re année (1897), 4 fr. 50 c.; 2e, 3e et 4e années (épuisées) ; 5e année, 2 fr. 60 c.; 6e année, 3 fr. 40 c.: 7e année (1903), 3 fr. 30 c.; 8e année (1904), 3 francs.

Rapports annuels de l'inspection du travail. — 1re année, 6 fr. 50 c.; 2e année, 7 francs; 3e année, 3 fr. 50 c.; 4e année, 3 francs; 5e année, 3 fr. 50 c.; 6e année, 3 fr. 50 c.; 7e année, 3 fr. 50 c.; 8e année, 3 fr. 50 c.; 9e année (1903), 4 francs.

PUBLICATIONS NON PÉRIODIQUES DE L'OFFICE DU TRAVAIL.

L'Office du travail de 1895 à 1905. Notice publiée à l'occasion de l'exposition de Liège en 1905. 1 volume grand in-8o de 245 pages avec figures et planches. (Cette publication n'est pas mise en vente.)

L'assurance contre l'invalidité et la vieillesse en Allemagne. — 1895, 1 vol. in-8o de 344 pages. Broché : 2 fr. 50 c.; cartonné toile : 3 francs.

Travail du dimanche. — BELGIQUE. — Vol. I-II : Établissements industriels; broché : 8 francs; cartonné toile : 10 francs. Vol. III : Mines, minières et carrières : broché : 4 francs; cartonné toile : 5 francs. Vol. IV : Consultation des conseils de l'industrie et du travail. Enquête dans les grands magasins. Consultation de l'Association pour le repos du dimanche en Belgique : broché : 3 francs; cartonné toile : 3 fr. 75 c. Vol. V : PAYS ÉTRANGERS; broché : 2 fr. 50 c.; cartonné toile : 3 francs (1896-1898).

Travail de nuit des ouvrières de l'industrie dans les pays étrangers (France, Suisse, Grande-Bretagne, Autriche, Allemagne), par Maurice ANCIAUX. — 1898, 1 volume in-8o de 271 pages. Broché : 2 francs.

Lois et règlements concernant le travail des femmes et des enfants, la police des établissements classés et des carrières à ciel ouvert, le payement des salaires aux ouvriers, les règlements d'atelier, le contrat de travail et l'inspection du travail (texte français ou flamand). — 1902, 1 volume in-12, broché : 1 franc.

Les salaires dans l'industrie gantoise, par Louis VARLEZ : Vol. I. Industrie cotonnière, 1901, 1 volume in-8o de CCXIV-596 pages. Broché : 8 francs; cartonné toile : 8 fr. 75 c. Vol. II. Industrie de la filature du lin, 1904, 1 volume in-8o de CXLV-238 pages. Broché : 3 francs; cartonné toile : 3 fr. 75 c.

Statistique des salaires dans les mines de houille. — Octobre 1896-mai 1900; 1 brochure de XXXVII-104 pages in-4o, avec 5 diagrammes. Prix : 3 francs.

Salaires et durée du travail dans les industries textiles au 31 octobre 1901. 1 volume grand in-4o de 427-691 pages avec cartogrammes et diagrammes. — 1905. Cartonné toile : 15 francs.

Id. Tiré à part, sans les tableaux statistiques. 1 volume gr. in-4o de 427 pages. Cart. : 7 francs

---

(1) Toutes les publications pour lesquelles il n'est pas renseigné d'éditeur spécial sont en vente à l'Office de publicité, rue de la Madeleine, 46, et à la Société belge de librairie, rue Treurenberg, 16, à Bruxelles.

Les moteurs électriques dans les industries à domicile. I. L'industrie horlogère suisse. II. Le tissage de la soie à Lyon. III. L'industrie de la rubanerie à Saint-Étienne, par MM. Ernest DUBOIS et Armand JULIN. — 1902. (Épuisé.)

Les filatures de lin, étude d'hygiène professionnelle, par le Dr D. GLIBERT. — 1902. Broché : 9 francs. (Épuisé.)

Les industries à domicile en Belgique. Vol. I : L'industrie armurière liégeoise. L'industrie du vêtement pour hommes à Bruxelles. L'industrie coutelière de Gembloux. — 1899. 1 volume in-8° de XX-362 pages. (Épuisé.)

Id. — Vol. II : L'industrie du tissage du lin dans les Flandres. L'industrie du tressage de la paille dans la vallée du Geer. L'industrie de la cordonnerie en pays flamand. — 1900. 1 volume in-8° de 465 pages. (Épuisé.)

Id. — Vol. III : L'industrie cloutière en pays wallon. L'industrie de la ganterie. 1900. 1 volume in-8° de 295 pages. (Épuisé.)

Id. — Vol. IV et V : La dentelle et la broderie sur tulle. — 1902. 2 volumes in-8° de 315-281 pages. Broché : 25 francs; cartonné toile : 28 fr. 50 c.

Id. — Vol. VI Les industries de la confection de vêtements pour hommes et de la cordonnerie à Binche. L'industrie du tissage de la laine dans le pays de Verviers et le Brabant wallon. L'industrie du tissage du coton en Flandre et dans le Brabant. — 1904. 1 vol. in-8° de 600 pages. Broché : 5 francs; cartonné toile : 6 francs.

Id. — Vol. VII. L'industrie de la bonneterie. L'industrie de la cordonnerie ... e. 1905. 1 vol. 266 pages. Broché : 2 francs; cartonné toile : 2 fr. 75 c.

Id. — Vol. VIII. (En préparation.)

Recensement général des industries et des métiers (31 octobre 1896), XVIII forts volumes in-4°. et un atlas in-folio. (Cette publication n'est pas mise en vente.)

Monographies industrielles. (Aperçu économique, technologique et commercial.) Filature mécanique du coton, du lin, du chanvre et du jute. 1903. 1 volume in-8° de 175 pages, figures et planches. Broché : 2 francs.

Statistique des grèves en Belgique (1896-1900). 1 volume in-8° de LXX-214 pages. — 1903. Broché : 2 fr. 25 c.; cartonné toile : 3 fr. 25 c.

Loi et règlements sur la réparation des dommages résultant des accidents du travail. — 1905. Broché in-12, de 138 pages : 50 centimes.

PUBLICATIONS NON PÉRIODIQUES DE LA DIRECTION DE L'ENSEIGNEMENT INDUSTRIEL ET PROFESSIONNEL.

Rapport sur l'enseignement professionnel en Angleterre, par Oscar PYFFEROEN. 1896, 1 volume in-8° de XVI-321 pages. Broché : 2 fr. 25 c. (Épuisé.)

Rapport sur l'enseignement professionnel en Allemagne, par le même. — 1897, 1 volume in-8° de XII-354 pages. Broché : 2 fr. 50 c.

Rapport sur l'enseignement industriel et professionnel en Belgique (1884-1896). 1897, 1 volume in-8° de XXXVI-479 pages. Broché : 3 fr. 75 c.

Étude sur les écoles techniques de l'industrie du bâtiment et de l'industrie du bois en Allemagne, par Omer BUYSE. — 1898, 1 volume in-8° de IV-126 pages. Broché : 1 fr. 50 c. (Épuisé.)

Étude sur l'organisation pédagogique des écoles techniques anglaises, par le même. — 1900. 1 volume in-8° de 158 pages. Broché : 1 fr. 75 c. (Épuisé.)

Étude sur l'enseignement commercial en Allemagne, par Omer BUYSE, *et aux États-Unis*, par Gustave MILLE. — 1902, 1 volume in-8° de 192-25 pages. (Épuisé.)

La petite bourgeoisie aux Pays-Bas, par Oscar PYFFEROEN. — 1902, 1 volume in-8° de VIII-396 pages. Broché : 3 francs; cartonné : 3 fr. 75 c.

Rapport sur la situation de l'enseignement technique en Belgique (1897-1901) 1903, 2 volumes in-8° de 818 et 469 pages. Broché : 9 francs; cartonné : 10 francs.







